PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2001-052330

(43) Date of publication of application: 23.02.2001

(51)Int.CI.

G11B 5/738 G11B 5/84 H01F 10/16

(21)Application number: 11-333529 (71)Applicant: TAKAHASHI KEN

(22)Date of filing:

24.11.1999

(72)Inventor: YOSHIMURA SATORU

DAVID JAYAPURAWIRA

SHOJI HIROKI TAKAHASHI KEN

(30)Priority

Priority number: 11150424

Priority date: 28.05.1999

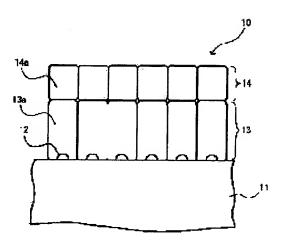
Priority country: JP

(54) MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND ITS MANUFACTURE AND MAGNETIC RECORDING APPARATUS

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To restrict effects of thermal disturbances by forming a seed layer containing at least tungsten in an island state between a substrate and a metallic undercoat layer.

SOLUTION: An island-shaped seed layer 12 is first set on a substrate 11. The seed layer 12 functions as a core for crystal particles of a metallic undercoat layer 13 formed on a Co-based ferromagnetic metallic layer 14 to initially grow without inhibiting a crystal orientation of a Cr-based metallic undercoat layer which controls a crystal orientation of the Co-based ferromagnetic metallic layer, and reduces a diameter of crystal particles of the metallic undercoat layer 13. An average particle size of



magnetic crystal particles constituting the ferromagnetic metallic layer 14 can be made small without changing a film thickness of the metallic undercoat layer 13 or a film thickness of the ferromagnetic recording layer 14 functioning as a recording layer by layering the ferromagnetic metallic layer 14 onto the diameter—reduced metallic undercoat layer 13. Moreover, a standard deviation of magnetic crystal

particles can be suppressed.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

26.04.2001

[Date of sending the examiner's decision

of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3423907

[Date of registration]

25.04.2003

[Number of appeal against examiner's

decision of rejection]

Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2001-52330 (P2001-52330A)

(43)公開日 平成13年2月23日(2001.2.23)

(51) Int.Cl. ⁷		識別記号	FΙ		วั	~7J~}*(多考)
G11B	5/738		G11B	5/738		5 D 0 0 6
	5/84			5/84	Z	5D112
H01F	10/16		H01F	10/16		5 E 0 4 9

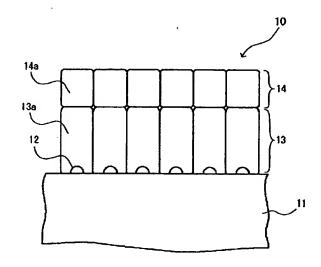
		審查蘭求	未請求 請求項の数16 OL (全 36 頁)
(21)出願番号	特願平11-333529	(71)出顧人	592259129
(22)出願日	平成11年11月24日(1999.11.24)		高橋 研 宮城県仙台市太白区人来田2丁目20-2
(31)優先権主張番号	特願平11-150424	(72)発明者	吉村 哲 宮城県仙台市青葉区荒巻字青葉05 東北大
(32)優先日	平成11年5月28日(1999.5.28)		学大学院工学研究科電子工学専攻内
(33)優先権主張国	日本(JP)	(72)発明者	ダビッド ジャヤブラウィラ 宮城県仙台市青葉区荒巻字青葉05 東北大 学大学院工学研究科電子工学専攻内
		(74)代理人	100086379
			弁理士 高柴 忠夫 (外3名)
			最終 質に 続 く

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体及びその製造方法並びに磁気記録装置

(57)【要約】

【目的】 金属下地層の膜厚や記録層をなす強磁性金属 層の膜厚を変えるととなく、強磁性金属膜を構成する磁 性結晶粒子の平均粒径とその標準偏差とを同時に低減さ せることによって、熱擾乱の影響を抑制できる磁気記録 媒体及びその製造方法並びに磁気記録装置を提供する。 【構成】 本発明の磁気記録媒体は、基体上にクロムを 主成分とする金属下地層を介してコバルト基合金からな る強磁性金属層が形成されてなる磁気記録媒体におい て、前記基体と前記金属下地層との間に少なくともタン グステンを含有するシード層を備え、該シード層が島状 膜であることを特徴とする。上記構成において、シード 層がタングステンに加えてクロムを含有している形態が より好ましい。本発明の製造方法は、前記基体をドライ エッチング処理する工程Dと前記基体上に前記シード層 を堆積させる工程Sからなる中間処理工程を備えるもの である。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 基体上にクロムを主成分とする金属下地 層を介してコバルト基合金からなる強磁性金属層が形成 されてなる磁気記録媒体において、

前記基体と前記金属下地層との間に少なくともタングス テンを含有するシード層を備え、該シード層が島状膜で あることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項2】 前記シード層がタングステンに加えてク ロムを含有していることを特徴とする請求項1に記載の 磁気記録媒体。

【請求項3】 前記基体は非磁性基板と被覆膜から構成 され、該被覆膜が、ニッケル及び該ニッケルと共析可能 で酸素と親和力の高い元素を主とした合金、からなると とを特徴とする請求項1又は2に記載の磁気記録媒体。

【請求項4】 前記ニッケルと共析可能で酸素と親和力 の高い元素は、リン、コバルト、タングステン、鉄、バ ナジウム、クロム、マンガン、銅、亜鉛、モリブテン、 パラジウム、錫、レニウム、アルミニウム、ジルコニウ ム、ホウ素、チタン、ハフニウム、ニオブ、タンタルの 中から選択される1種または2種以上の元素であること 20 を特徴とする請求項3に記載の磁気記録媒体。

【請求項5】 基体上に少なくともタングステンを含有 するシード層、クロムを主成分とする金属下地層、コバ ルト基合金からなる強磁性金属層が、順次形成されてな る磁気記録媒体の製造方法は、

成膜室内に前記基体を配置し、所定の真空度まで前記成 膜室内を減圧後、該基体を所定の温度に加熱する前処理 工程と、

前記所定の真空度より高い圧力雰囲気において、前記基 体に対してドライエッチング処理する工程D、及び、前 30 記基体上に少なくともタングステンを含有するシード層 を島状に堆積させる工程S、が少なくとも1回以上行わ れる中間処理工程と、

前記シード層上に前記金属下地層及び前記強磁性金属層 を順次堆積させる後処理工程と、

を少なくとも具備したことを特徴とする磁気記録媒体の 製造方法。

【請求項6】 前記中間処理工程が、前記工程D、前記 工程Sの順に行われることを特徴とする請求項5 に記載 の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項7】 前記中間処理工程が、前記工程S、前記 工程Dの順に行われることを特徴とする請求項5に記載 の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項8】 前記中間処理工程が、前記工程D及び前 記工程Sに加え、前記所定の真空度より高い圧力雰囲気 において、少なくとも1回以上行われる、前記基体を所 定の酸素雰囲気に曝す工程〇を具備したことを特徴とす る請求項5 に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項9】 前記中間処理工程が、前記工程D、前記 工程S、前記工程〇の順に行われることを特徴とする請 50 また図14は、従来の磁気記録媒体の製造方法におけ

求項8に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項10】 前記中間処理工程が、前記工程8、前 記工程D、前記工程Oの順に行われることを特徴とする 請求項8に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項11】 前記中間処理工程が、前記工程D、前 記工程〇、前記工程Sの順に行われることを特徴とする 請求項8に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項12】 前記中間処理工程が、前記工程D、前 記工程〇、前記工程S、前記工程Dの順に行われること を特徴とする請求項8に記載の磁気記録媒体の製造方 法。

【請求項13】 前記中間処理工程が、前記工程D、前 記工程〇、前記工程S、前記工程D、前記工程〇の順に 行われることを特徴とする請求項8に記載の磁気記録媒 体の製造方法。

【請求項14】 前記基体として、非磁性基板と被覆膜 から構成され、該被覆膜がニッケル及び該ニッケルと共 析可能で酸素と親和力の高い元素を主とした合金、から なる基体を用いることを特徴とする請求項8乃至13の いづれか1項に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項15】 前記ニッケルと共析可能で酸素と親和 力の高い元素は、リン、コバルト、タングステン、鉄、 バナジウム、クロム、マンガン、銅、亜鉛、モリブテ ン、パラジウム、錫、レニウム、アルミニウム、ジルコ ニウム、ホウ素、チタン、ハフニウム、ニオブ、タンタ ルの中から選択される1種または2種以上の元素である ことを特徴とする請求項14に記載の磁気記録媒体の製 造方法。

【請求項16】 請求項1乃至4のいづれか1項に記載 の磁気記録媒体と、前記磁気記録媒体を駆動させる駆動 部と、磁気ヘッドと、前記磁気ヘッドを前記磁気記録媒 体に対して相対移動させる移動手段とを具備したことを 特徴とする磁気記録装置。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、磁気記録媒体及び その製造方法並びに磁気記録装置に係る。より詳細に は、熱擾乱の影響を受けにくい磁性結晶粒子からなる強 磁性金属層を備えた磁気記録媒体及びその製造方法並び に磁気記録装置に関する。本発明に係る磁気記録媒体 は、ハードディスク、フロッピーディスク、磁気テープ 等に好適に用いられる。

[0002]

【従来の技術】近年、磁気記録媒体は髙密度で大容量な 記録媒体としてハードディスク装置等の磁気記録装置で 多用されているが、更なる高記録密度化を図るためには 記録再生特性の向上が求められている。

【0003】図13は、従来の磁気記録装置で利用され ている磁気記録媒体50を示す模式的な断面図である。

る、各工程と試料の模式的断面とを合わせて示した図である。ここで、非磁性体からなる基体51としては、例えばアルミニウム(A1)系合金からなる基板52の表面上にニッケル・リン(Ni-P)からなる非磁性層53を設けたものが好適に用いられている。そして、この基体51の上には、例えばクロム(Cr)に代表される非磁性金属膜からなる下地層54、磁性膜からなる記録層55、保護層56が順次積層されている。

【0004】一般に、Cr下地層54上にCo基礎性層55を積層してなる媒体では、以下の点が広く知られて10いる。

(1) Cr層54はその厚さが薄いほどCr層54を構成する結晶粒子54aの粒径が小さくなり、Cr層54が厚くなるほどその結晶粒子54aの粒径も増加すること。

(2) Cr下地層54上に積層したCo基磁性層55を 構成する結晶粒子55aの粒径は、Cr層54をなす結 晶粒子54aの粒径とほぼ同じ大きさになること[図1 4(d)]。

【0005】一方、上記構成の磁気記録媒体50におい 20 て記録再生特性を向上させるためには、記録層55として機能する磁性膜を構成する磁性結晶粒子55aの粒間相互作用の低減、並びに磁性膜の膜厚の低減が必要不可欠であることが、本発明者等により報告されている[M. Takahashi,A.Kikuchi and S.Kawakita: IEEE Trans.on Magn.,33,2938(1997)]。特に、媒体の低ノイズ化を図るためには、記録層55をなす磁性膜の膜厚を低減させることにより、磁性膜を構成する結晶粒子55aを微細化させることが有効な手法の一例として同文献に紹介されている。

【0006】しかしながら、記録層55をなす磁性膜の薄膜化による、微細組織形成や磁性結晶粒子55aの体積低減には限界がある。何故ならば、記録層55をなす磁性膜の膜厚の低減に伴い、磁性膜を構成する結晶粒子55aは微細化し、磁性膜に記録された磁化(残留磁化)等の磁気特性が時間に対して大きく変化してしまうという問題、すなわち熱擾乱の影響を受けやすくなるという問題が生じるためである。

【0007】本発明者は、下地層54の膜厚を減らすととにより、磁性膜を構成する結晶粒子55aの粒径を低 40減させる手法、換言すれば磁性膜の結晶粒子55aの体積を小さくする手法の開発を鋭意進めてきた。具体的には、超清浄なプロセス条件でCr下地層/Co基磁性層からなる媒体を作製する方法を開発することにより、下地層54として厚さが2.5nmという極薄Cr層を用いても、2000[Oe]を越える保磁力が得られる媒体の開発に成功した(国際出願PCT/JP97/01092号公報)。

【0008】上記公報に記載された超清浄プロセス(UI tra Clean Process)とは、成膜室の到達真空度を従来

の一般的なスパッタ装置の10-7Torr台から10-8Torr台に高めるとともに、成膜室に導入する高純度Arガス中の水等の不純物濃度を通常の高純度Arガスのレベルより2桁少ない1ppbレベルに低減することを主体とするプロセスである。

【0009】上記手法によれば、磁性膜を構成する結晶 粒子55aの平均粒径は低減するが、そのばらつき(標 準偏差)は大きい傾向があった。これは、磁性膜におけ る粒間相互作用が局所的にばらつくことを意味し、高記 録密度化が進みさらに記録磁化が微小になるにつれて、 その影響は無視できなくなってきた。

【0010】また、上述した媒体の作製方法による下地層の膜厚低減効果も限界に近づき、一方では、特定の磁性膜を用いた場合には下地層の膜厚低減により磁性膜の粒間相互作用が増大する傾向も確認された [J.Nakai,A. Kikuchi,K.Nakatani,M.Hirasaka,T.Shimatsu and M.Tak ahashi: J.Magn.Magn.Mater.,155,234(1996)]。

【0011】従って、下地層54あるいは記録層55の 膜厚低減以外の手法により磁性結晶粒子55aの粒径の 小型化を図ると共に、磁性結晶粒子55aの粒径のばら つきをも抑制できる、新たな構成の磁気記録媒体及びそ の製造方法並びに磁気記録装置の開発が望まれていた。 【0012】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、金属下地層の膜厚や記録層をなす強磁性金属層の膜厚を変えることなく、強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子の平均粒径とその標準偏差とを同時に低減させることによって、熱擾乱の影響を抑制できる磁気記録媒体を提供するととを目的の一つとする。

0 【0013】また本発明は、金属下地層の膜厚や記録層をなす強磁性金属層の膜厚を変えることなく、強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子の平均粒径とその標準偏差とを同時に低減させることによって、熱擾乱の影響を抑制できる磁気記録媒体を製造する方法を提供することを目的の一つとする。

【0014】さらに本発明は、金属下地層の膜厚や記録層をなす強磁性金属層の膜厚を変えることなく、強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子の平均粒径とその標準偏差とを同時に低減させることによって、熱擾乱の影響を抑制できる磁気記録媒体を備えた磁気記録装置を提供することを目的の一つとする。

[0015]

【課題を解決するための手段】本発明に係る磁気記録媒体は、基体上にクロムを主成分とする金属下地層を介してコバルト基合金からなる強磁性金属層が形成されてなる磁気記録媒体において、前記基体と前記金属下地層との間に少なくともタングステンを含有するシード層を備え、該シード層が島状膜であることを特徴としている。

【0016】また上記構成からなる磁気記録媒体は、前 50 記シード層がタングステンに加えてクロムを含有してい

となる。

る形態としても構わない。

【0017】さらに上記構成からなる磁気記録媒体では、前記基体として、非磁性基板と被覆膜から構成され、該被覆膜が、ニッケル及び該ニッケルと共析可能で酸素と親和力の高い元素を主とした合金、からなるものが好適に用いられる。

【0018】その際、前記ニッケルと共析可能で酸素と 親和力の高い元素としては、リン、コバルト、タングス テン、鉄、バナジウム、クロム、マンガン、銅、亜鉛、 モリブテン、バラジウム、錫、レニウム、アルミニウ ム、ジルコニウム、ホウ素、チタン、ハフニウム、ニオ ブ、タンタルの中から選択される1種または2種以上の 元素が望ましい。

【0019】本発明に係る磁気記録媒体の製造方法は、基体上に少なくともタングステンを含有するシード層、クロムを主成分とする金属下地層、コバルト基合金からなる強磁性金属層が、順次形成されてなる磁気記録媒体の製造方法であり、成膜室内に前記基体を配置し、所定の真空度まで前記成膜室内を減圧後、該基体を所定の温度に加熱する前処理工程と、前記所定の真空度より高い 20 圧力雰囲気において、前記基体に対してドライエッチング処理する工程D、及び、前記基体上に少なくともタングステンを含有するシード層を島状に堆積させる工程S、が少なくとも1回以上行われる中間処理工程と、前記シード層上に前記金属下地層及び前記強磁性金属層を順次堆積させる後処理工程と、を少なくとも具備したことを特徴としている。

【0020】また上記構成からなる磁気記録媒体の製造方法は、前記中間処理工程が、前記工程D及び前記工程Sに加え、前記所定の真空度より高い圧力雰囲気においる、少なくとも1回以上行われる、前記基体を所定の酸素雰囲気に曝す工程Oを具備した形態としても構わない。

【0021】本発明に係る磁気記録装置は、上記構成からなる磁気記録媒体と、前記磁気記録媒体を駆動させる 駆動部と、磁気ヘッドと、前記磁気ヘッドを前記磁気記 録媒体に対して相対移動させる移動手段とを具備したことを特徴としている。

[0022]

【発明の実施の形態】以下では、本発明に係る磁気記録 媒体の模式的な断面図(図1)と、基体上に形成したシード層の形態を示す走査電子顕微鏡(SEM)の写真 (図2)とを参照して、本発明に係る磁気記録媒体の層 構成について説明する。

【0023】本発明の磁気記録媒体10では、図2のS e)、 EM写真に示すように、基体11上に島状のWからなる ホウ素シード層12がまず設けられる。シード層12は、Co ニオス系強磁性金属層14の結晶配向性を制御するCr系金属 1種3で地層13の結晶配向性を阻害することなく、その上に との共形成される金属下地層13の結晶粒子が初期成長する核 50 しい。

たらす。そして、この小径化された金属下地層13上に 強磁性金属層14を積層させることにより、シード層を 持たない従来の媒体に比べて本発明に係る媒体は、金属 下地層13の膜厚や記録層として機能する強磁性金属層 14の膜厚を変更することなく、強磁性金属層14を構

として機能し、金属下地層13の結晶粒子の小径化をも

成する磁性結晶粒子の平均粒径 d を小さくできると共 に、磁性結晶粒子の標準偏差 σ をも抑えることができ る。また、磁性結晶粒子の標準偏差をその平均粒径で割 った値である粒径分散C.V. grainも小さくなる。特に、

結晶粒径の大きい結晶粒子の数を低減できる。

【0024】つまり、本発明に係るシード層12を備えた磁気記録媒体10は、記録層として機能する強磁性金属層14の結晶粒子の小径化のみならず、結晶粒径の均一化も図れる。従って、本発明によれば、高記録密度化に伴い記録層に書き込まれる記録磁化が小型化した場合でも、記録磁化が受ける熱擾乱の影響が少なく、安定性

に高い記録磁化を形成できる磁気記録媒体の提供が可能

20 【0025】更に上記構成において、前記シード層12 がタングステン(W)に加えてクロム(Cr)を含有し た場合には、強磁性金属層14を構成する磁性結晶粒子 の平均粒径及びその標準偏差が更に低減され、粒径分散 もより小さくなる。従って、より熱擾乱の影響を受けに くく、記録磁化が小型化した際により高い安定性を有す る磁気記録媒体が得られる。

【0026】また前記基体11として、非磁性基板11 aと被覆膜11 bから構成され、該被覆膜11 bが、ニッケル及び該ニッケルと共析可能で酸素と親和力の高い元素を主とした合金、からなるものを用いた場合には、被覆膜11 bの表面において該元素が存在する部分に酸素が吸着され易いので、酸素を被覆膜11 bの表面に物理的な吸着状態で間欠的に付着させることができる。このような表面状態からなる基体11上にWシード層12を形成することにより、基体11の表面に対して平行な方向への成長が適度に妨げられた、微細な島状をなすとともに、その大きさが制御されたWシード層12を容易に形成可能となる。

【0027】 このようなニッケル (Ni) と共析可能で酸素と親和力の高い元素としては、例えばリン (P)、コバルト (Co)、タングステン (W)、鉄 (Fe)、バナジウム (V)、クロム (Cr)、マンガン (Mn)、銅 (Cu)、亜鉛 (Zn)、モリブテン (Mo)、パラジウム (Pd)、錫 (Sn)、レニウム (Re)、アルミニウム (Al)、ジルコニウム (Zr)、ホウ素 (B)、チタン (Ti)、ハフニウム (Hf)、ニオブ (Nb)、タンタル (Ta)の中から選択される1種または2種以上の元素が好適である。中でも、Niとの共析が容易で酸素との親和力が高いCoが最も好ましい。

6

る。

【0028】前記基体11の表面をなす被覆膜11bは、高温で磁化せず、導電性を有し、機械加工などがしやすい反面、適度な表面硬度をもっていることが好ましい。従って、とのような条件を満たす材料として従来より多用されているめっき法等で作製された(Ni-P)膜、あるいは(Ni-Ta)膜や(Ni-Ti)膜に、例えばCo等の元素を適宜含有させたものが、本発明に係る被覆膜11bとして好適である。

【0029】本発明に係る磁気記録媒体10の製造方法 では、まず前処理工程として、成膜室内に基体11を配 10 置し、所定の真空度まで成膜室内を減圧後、該基体を所 定の温度に加熱することにより、基体11の表面上に吸 着するガス量を減少させる。その後、中間処理工程とし て、前記所定の真空度より高い圧力雰囲気において、前 記基体11に対してドライエッチング処理する工程D、 及び、前記基体11上に少なくともWを含有するシード 層を島状に堆積させる工程S、を少なくとも1回以上行 う。この中間処理工程を構成する、工程Dでは、基体1 1上に残存する吸着ガスの量を適宜減少させ、前処理工 程後に比べて更に少ない吸着ガスが残存した基体11の 20 表面状態を作りだし、工程Sでは、基体11上に適宜残 存する吸着ガスの作用を受けつつ、基体上にWを含有す るシード層を作製できるので、基体11上の吸着ガスが シード層12内に取り込まれる量や、吸着ガスの残存度 合いによって変化するシード層12の島状形態を細かく 制御することが可能となる。そして、これに続く後処理 工程によりWシード層12上に金属下地層13及び強磁 性金属層14を順次堆積させることで、金属下地層13 や強磁性金属層 14の膜厚を変えることなく各層を構成 する結晶粒子の小径化が図れる。

【0030】換言すれば、本発明の特徴である中間処理工程では、工程Dのエッチング条件や繰り返し回数、あるいは工程Dと工程Sを実施する順序などを変えることによって、シード層12をなすW結晶の横方向への成長を抑制する作用を備えた、基体11の表面に残存する吸着ガスの量を微妙にかつ自由に変化させることができる。その結果、基体11の表面に対して平行な方向への成長が適度に妨げられた、微細な島状をなすとともに、その大きさが制御されたWシード層12が得られる。

【0031】よって、上記形態からなるWシード層12上に形成される金属下地層13は島状のWシード層12を反映した小さな粒径となり、良好な結晶配向性を保持できるので、この金属下地層13上に堆積される強磁性金属層14も微細かつ良好な結晶配向性を備えた形態とすることができる。

【0032】例えば、上記中間処理工程が、前記工程 D、前記工程Sの順に行われる場合(作製した媒体名を DS媒体と呼称する)は、基体11上に残存する吸着ガスの影響を排除する方法である。つまり、工程Dにより 基体11上に残存する吸着ガスを砂と除去し、次いで工 の作製条件により島状のWシード層12を形成する。そして、これに続く後処理工程においてWシード層12上に金属下地層13及び強磁性金属層14を順次堆積させることになる。従って、基体11上の吸着ガスが、形成されたWシード層12内に取り込まれる量を最小限に抑えることができるので、Wシード層12内に含有する吸着ガスがWシード層12上に堆積される金属下地層13

属下地層13は島状のWシード層12を反映した小さな 粒径となり、良好な結晶配向性を保持できるので、この 金属下地層13上に堆積される強磁性金属層14も微細 かつ良好な結晶配向性を備えた形態とすることができ

へ侵入するのを防止できる。よって、DS媒体では、金

【0033】とれに対して、上記中間処理工程が、前記 工程S、前記工程Dの順に行われる場合(作製した媒体 名をSD媒体と呼称する)は、基体11上に残存する吸 着ガスを有効に利用する方法である。つまり、工程Sに より基体11上に吸着ガスを残存させたまま、所定の作 製条件により島状のWシード層12を形成する。この場 合、基体11の表面に残存した吸着ガスはシード層12 をなすW結晶の横方向への成長を抑制する。その結果、 基体11の表面に対して平行な方向への成長が妨げられ た、極微細な島状のWシード層12が得られる。次に工 程Dでは前記シード層12の表面に対してドライエッチ ング処理を行う。この処理により基体上に残存する吸着 ガスを殆ど除去する。そして、これに続く後処理工程に おいてWシード層12上に金属下地層13及び強磁性金 属層14を順次堆積させることになる。これにより、S D媒体では、金属下地層13はその極微細な島状Wを核 として成長するので小さな粒径となり、かつ、基体上に 残存する吸着ガスの影響はないので良好な結晶配向性を 保持できる。従って、この金属下地層13上に堆積され る強磁性金属層 14 も微細かつ良好な結晶配向性を備え た形態とすることができる。

【0034】上述した製造方法、すなわち中間処理工程が工程Sと工程Dからなる製造方法は、いずれも金属下地層13及び強磁性金属層14の膜厚を変えるととなく、強磁性金属層14を構成する磁性結晶粒径の小型化を達成できる点において共通した作用・効果をもっている。また、いずれの方法においても、WCCrを適宜加えることにより、その効果をより向上させることができる。

【0035】以下では、先の中間処理工程が、前記工程 D及び前記工程Sに加え、前記所定の真空度より高い圧 力雰囲気において、少なくとも1回以上行われる、前記 基体を所定の酸素雰囲気に曝す工程Oを具備した場合に ついて述べる。

スの影響を排除する方法である。つまり、工程Dにより 【0036】上記工程Oを中間処理工程に加えて作製し基体11上に残存する吸着ガスを殆ど除去し、次いで工 50 た媒体としては、各工程を1回づつ行う場合と任意の工

8

程Sでは吸着ガスの殆どない清浄な基体表面上に、所定

程を更に複数回行う場合に分けられる。

【0037】まず、各工程を1回づつ行う場合として は、次の3つの場合がある。

- (a)上記中間処理工程が、工程D→工程S→工程Oの 順に行われる場合(作製した媒体名をDSO媒体と呼称 する)。すなわちDS媒体における中間処理工程の最後 に工程〇を追加したものである。
- (b)上記中間処理工程が、工程S→工程D→工程Oの 順に行われる場合(作製した媒体名をSDO媒体と呼称 する)。すなわちSD媒体における中間処理工程の最後 10 に工程〇を追加したものである。
- (c)上記中間処理工程が、工程 D→工程 O→工程 Sの 順に行われる場合(作製した媒体名をDOS媒体と呼称 する)。

【0038】上記(a)から(c)に示した工程Oを備 えた中間処理工程によれば、工程Oを行う直前の基体1 1の表面 (これは、上記 (a) ~ (c) でそれぞれ異な る) に対して、所望の量の酸素を物理的な吸着状態で、 適宜付着させた後、次工程に移ることができる。こと で、次工程とは、DSO媒体あるいはSDO媒体の場合 20 は後処理工程を構成する金属下地層13を形成する工程 であり、DOS媒体の場合は中間処理工程を構成するシ、 ード層12を形成する工程を意味する。

【0039】との工程Oによる基体11の表面上への酸 素付着は、上述した次工程における膜形成に影響を及ぼ す。DSO媒体あるいはSDO媒体の場合は金属下地層 をなすC r 膜の結晶粒を小型化する方向に作用し、DO S媒体の場合はシード層12の島状形態を小型化すると ともに均一な分布となるようにはたらく。

【0040】その結果、DSO媒体あるいはSDO媒体 30 の場合は、小型化したCr膜の結晶粒を反映して、強磁 性体金属層 14を構成する磁性結晶粒の粒径が小さくな り、その粒径の分散も低減する。一方、DOS媒体の場 合は、小型で均一分布となった島状シード層12を反映 して、その上に形成される金属下地層13をなすCr膜 の結晶粒は、粒径が小さくなるとともに、その粒径の分 布もより狭くなる。このように形態が変化した金属下地 層13の上に強磁性体金属層14を形成することによっ て、強磁性体金属層14をなす磁性結晶粒の粒径が小さ くなり、その粒径の分散も低減する。これに伴い、残留 40 磁化の経時変化AMのさらに小さな媒体が得られる。

【0041】上述した結果を磁性結晶粒の小型化および 均一化という観点からまとめると、次のようになる。

- **①DS媒体よりDSO媒体の方が優れる。**
- ②S D媒体よりSDO媒体の方が優れる。
- **③DSO媒体よりSDO媒体の方が良好となり、SDO** 媒体よりDOS媒体の方がさらに改善される。

【0042】つまり、上記のとのから、工程〇を持たな い中間処理工程で作製した媒体(DS媒体、SD媒体)

の方が、強磁性金属層 14を構成する磁性結晶粒子の平 均粒径及びその標準偏差がより小さくなり、その結果、 媒体の残留磁化の経時変化AMを改善できることが分か る。また、上記のから、工程〇を中間処理工程に加えて 作製した媒体の中では、DOS媒体が最も優れていると とが明らかとなった。

【0043】以下では、先に述べた任意の工程を更に複 数回行う場合の一例として、ことでは次の2つの場合を 取り上げる。

- (d)上記中間処理工程が、工程D→工程O→工程S→ 工程Dの順に行われる場合(作製した媒体名をDOSD 媒体と呼称する)。すなわちDOS媒体における中間処 理工程の最後に再度工程Dを追加したものである。
- (e)上記中間処理工程が、工程D→工程O→工程S→ 工程D→工程Oの順に行われる場合(作製した媒体名を DOSDO媒体と呼称する)。すなわちDOSD媒体に おける中間処理工程の最後に再度工程〇を追加したもの

【0044】上記(d)では、第2の工程D(ドライエ ッチング)を加えることで、島状シード層12の形成プ ロセス(工程S)で生じた表面に残存する付着物を取り 除くことができる。その後、島状シード層12を備え、 最表面の清浄化も十分に図った基体11上に、金属下地 層13、強磁性金属層14を順次堆積させることが可能 となる。このような作用により、強磁性金属層14を構 成する磁性粒の小型化が進み、その粒径のバラツキ(粒 径分散)も小さくなり、残留磁化の経時変化 AMも改善

【0045】上記(e)では、上記第2の工程D(ドラ イエッチング)の後に、さらに第2の工程〇(酸素暴 露)を追加することによって、第2の工程Dにより清浄 化された島状シード層12を備えた基体11上に、付着 度合いを制御しながら酸素を適宜吸着させた状態を作り 出すととができる。そして、次にとのような表面状態に ある基体 1 1上に、金属下地層 1 3、強磁性金属層 1 4 を順次堆積させる。その結果、島状形状からなるシード 層12も含めた基体11の表面上に、適度に吸着させた 酸素が、その上に堆積する金属下地層13の結晶粒の粗 大化をさらに抑制し、その上に積層させた強磁性金属層 14の結晶粒の粗大化もより一層抑えられるので、磁性 粒の小型化が図れるとともに粒径のバラツキ(粒径分 散)もさらに抑制され、残留磁化の経時変化AMもより 一層改善される。

【0046】上述した結果を磁性結晶粒の小型および均 一化という観点からまとめると、次のようになる。

ΦDOS媒体よりDOSD媒体の方が良好である。

⑤DOS D媒体よりDOS DO媒体の方がさらに改善さ れる。

【0047】つまり、上記の及び5から、先に述べた任 に比べて、工程Oを中間処理工程に加えて作製した媒体 50 意の工程、すなわち工程D、工程Sあるいは工程Oのい づれかの工程を更に複数回行うことによって、媒体の強 磁性金属層14を構成する磁性結晶粒子の平均粒径及び その標準偏差がより一層小さくなり、その結果、媒体の 残留磁化の経時変化△Mがさらに改善できることが明ら かとなった。

【0048】上述した効果は、全て、金属下地層13の 膜厚や記録層として機能する強磁性金属層14の膜厚を 変更することなく、中間処理工程の条件によってのみ制 御できるので、所望の磁気特性を有する媒体を形成する ために、金属下地層13の膜厚や強磁性金属層14の膜 10 厚を自由に設計変更できるという利点をもたらす。

【0049】したがって、本発明に係る磁気記録媒体の 製造方法によれば、強磁性金属層14を構成する磁性結 晶粒子の粒径のさらなる小型化を図りつつ、金属下地層 13の膜厚や強磁性金属層14の膜厚を個別に適宜変更 することによって、各種磁気特性の媒体が容易に製造で きるので、本発明は媒体設計の自由度が格段と向上した 製造ラインの構築に寄与できる。

【0050】また本発明に係る製造方法では、成膜室の 到達真空度(いわゆる背圧)として10-% [Torr] 台を 20 要求する超清浄プロセスを用いなくても、従来量産機で 利用されている10-7 [Torr] 台という成膜室の到達真 空度において、強磁性金属層14を構成する磁性結晶粒 子の小型化が図れる。従って、従来の量産機を転用でき ることから、次世代の高記録密度化に対応できる媒体を 安価に製造できる量産システムの提供が可能となる。

【0051】また先に述べた基体11として、非磁性基 板11aと被覆膜11bから構成され、該被覆膜11b が、ニッケル及び該ニッケルと共析可能で酸素と親和力 の高い元素を主とした合金、からなるものを用いた場合 30 には、上述した工程〇の作用・効果がさらに向上するの で、次工程をなすシード層の島状形態や金属下地層の結 晶粒の形態に強く反映され、最終的は強磁性金属層の磁 性結晶粒の小型化をさらに図ることができる。つまり、 本発明に係る製造方法は、非磁性基板11aと被覆膜1 1 b から構成され、該被覆膜11 b が、ニッケル及び該 ニッケルと共析可能で酸素と親和力の高い元素を主とし た合金、からなる基体でも、有効に働く作製法である。 【0052】さらには、本発明に係る磁気記録媒体は、 上述したように強磁性金属層14が微細な結晶粒から構 40 成されて優れた磁気特性を備えているので、強磁性金属 層14は従来より熱的安定性に優れ、熱擾乱を抑制でき る。よって、磁気記録装置が内蔵するモータ等の内部構 造体より発生する熱の影響を受け、例えば、100℃を 越える高い温度となった状況下で使用された場合であっ ても、本発明に係る媒体を構成する強磁性金属層 14の 磁気特性は劣化することがない。したがって、本発明に 係る媒体を備えることによって、長期安定性に優れた磁 気記録装置の提供も可能となる。

明する。

【0054】(基体)本発明に係る基体]]としては、 例えば、アルミニウム、チタン及びその合金、シリコ ン、ガラス、カーボン、セラミック、プラスチック、樹 脂及びその複合体からなる非磁性基板lla、及びそれ らの表面に異種材質からなる非磁性の被覆膜11bをス パッタ法、蒸着法、めっき法等により表面コーティング 処理を行ったものが挙げられる。との基体 1 1表面に設 けた非磁性の被覆膜11bは、高温で磁化せず、導電性 を有し、機械加工などがしやすい反面、適度な表面硬度 をもっていることが好ましい。このような条件を満たす 非磁性の被覆膜11b膜としては、特にスパッタ法やめ っき法により作製された(Ni-P)膜、(Ni-T a) 膜、あるいは(Ni-Ti) 膜が好ましい。

【0055】また本発明では、基体11として、非磁性 基板11aと被覆膜11cから構成され、被覆膜11c が、Ni及び該Niと共析可能で酸素と親和力の高い元 素を主とした合金、からなるものが用いられる。この構 成の基体11は、被覆膜11cの表面において該元素が 存在する部分に酸素が吸着され易いので、酸素を被覆膜 の表面に物理的な吸着状態で間欠的に付着させることが できる、という利点を備えている。

【0056】上記Niと共析可能で酸素と親和力の高い 元素としては、例えばP、Co、W、Fe、V、Cr、 Mn, Cu, Zn, Mo, Pd, Sn, Re, Al, Z r、B、Ti、Hf、Nb、Taの中から選択される1 種または2種以上の元素が好適であり、中でもNiとの 共析が容易で酸素との親和力が高いCoが最も好まし いり

【0057】例えば、上記Niと共析可能で酸素と親和 力の高い元素をPとCoにする場合は、非磁性のアルミ ニウムなどの基板11aを用意し、この基板11aを脱 脂、エッチング、ジンケート処理した後、市販のめっき 液(商品名メルテックスNi-422等)に硫酸コバル トを添加しためっき液を用いて基板11a上にNiCo Pめっきを施して基板11a上にCoを所定量含有する (Ni-P)の被覆膜11cを形成し、その後所定の加 熱処理を行うことで所望の被覆膜付きの基体 1 1 を得る 方法が好適に用いられる。

【0058】基体11の形状としては、ディスク用途の 場合、ドーナツ円盤状のものが使われる。後述する磁性 層等を設けた基体、即ち磁気記録媒体10は、磁気記録 および再生時、円盤の中心を軸として、例えば3600 rpmの速度で回転させて使用する。との時、磁気記録 媒体10の上空を磁気ヘッドが0.1μm程度の高さを 飛行する。従って、基体11としては、表面の平坦性、 表裏両面の平行性、基体円周方向のうねり、および表面 の粗さが適切に制御されたものが望ましい。

【0059】また、基体11が回転/停止する場合に 【0053】以下では、本発明の実施態様例について説 50 は、磁気記録媒体10と磁気ヘッドの表面同士が接触及 13

び摺動する (Contact Start Stop, CSSと呼ぶ)。この 対策として、基体の表面には、同心円状の軽微なキズ (テクスチャー)を設けても構わない。

【0060】しかし、磁気ヘッドの更なる低浮上量化を 達成するとともに、後述する島状シード層の表面形態が その上に積層して設ける膜に与える作用・効果を顕著に する目的から、上記のようなテクスチャを設けず、表面 粗さRaを1nm以下とした基体11が、本発明では好す 適に用いられる。

【0061】(シード層)本発明に係るシード層12は 10 前記基体 1 1 上に設けられ、その上には後述する金属下 地層13及び強磁性金属層14が積層される。シード層 12は少なくともタングステン(W)を含有しており、 二次元的な平坦膜ではなく、局所的に点在した形状から なる島状膜という形態をなしている。この島状の♥シー ド層12は、その上に堆積される金属下地層13をなす 結晶粒子の初期成長段階において、結晶成長を促す核と して機能する。との作用により、金属下地層13は島状 の₩シード層12を反映した小さな粒径となり、良好な 結晶配向性を保持できる。更に、この金属下地層13上 20 に堆積される強磁性金属層 14も微細かつ良好な結晶配 向性を備えた形態とすることができる。

【0062】後述する実施例では、島状シード層12 は、WターゲットあるいはWCr合金ターゲットを用いた スパッタ法で作製した。その際、基体11を加熱保持す る温度と成膜時のガス圧とを主に制御することによっ て、基体上に所望の島状形態からなるシード層を形成し た。島状のシード層12を形成するための主な作製条件 としては、基体温度、成膜時のガス圧、ターゲットへ印 加する電力密度、ターゲットと基体との距離、成膜時に 基体に加えるバイアス、等が挙げられる。例えば、基体 温度は170~300 [℃] が好ましく、ガス圧は1~ 40 [mTorr] が望ましい。また、電力密度は、例えば 直径が152[mm]の円形ターゲットを用いる場合、 直流電源から25 [W]~1.5 [kW]の電力を印加 して選択するとよい。その際、ターゲットと基体との距 離は20~60 [mm]、バイアスは0~-300 [V] が好適に用いられる。

【0063】従って、島状のWシード層12の作製条件 のみ変えて、島状Wの大きさやその離間度合いを制御す 40 ることによって、その上に作製される金属下地層13の 結晶粒子13aの粒径や強磁性金属層14の結晶粒子1 4 a の粒径が、金属下地層 1 3 や強磁性金属層 1 4 の膜 厚に依存せず自由に制御できる。

【0064】換言すれば、金属下地層13の膜厚や強磁 性金属層14の膜厚を変更することなく、強磁性金属層 14を構成する磁性結晶粒子の平均粒径 d 及びその標準 偏差σを抑えることができ、磁性結晶粒子の標準偏差を その平均粒径で割った値である粒径分散C.V.grainも小 さくできる。特に、結晶粒径の大きい結晶粒子の数を減 50 程S (シード層形成)あるいは工程O (酸素暴露)から

らす効果がある。

【0065】また、上記Wシード層12にクロム(C r) を加えることにより、さらに上述した作用·効果が 向上する。

【0066】上述したシード層12の島状形態の大きさ や離間度合いなどは、シード層 1 2 を形成する直前の基 体11上に残存する酸素などの付着物、あるいは後述す るところの酸素暴露(工程O)によるシード層12を形 成する直前の基体11上への積極的な酸素の離散的な付 着処理、などを組合せることによって、さらに高感度に 制御することができる。

【0067】また同様に、島状シード層12を形成した 後の基体11上に残存する酸素などの付着物、あるいは 酸素暴露(工程〇)によるシード層12を形成する直前 の基体11上への積極的な酸素の離散的な付着処理など は、次工程である、後工程処理をなす金属下地層13や 強磁性金属層 14の膜成長に作用し、結晶の小型化や小 径化、粒径分散の減少などを促す。

【0068】(金属下地層)本発明に係る金属下地層1 3としては、クロム(Cr)を主成分とする金属、例え ぱCr及びその合金が挙げられる。合金とする場合は、 例えば、V、Nb、Ta等との組み合わせが提案されて いる。特に、Crは、後述する強磁性金属層に対して偏 析作用を起こすことから好ましい。また、その成膜方法 としては、スパッタ法、蒸着法等が用いられる。

【0069】この金属下地層13の役割は、その上にC o基からなる強磁性金属層14を設けたとき、強磁性金 属層14の磁化容易軸が基体面内方向を取るように、す なわち基体面内方向の保磁力が高くなるように、強磁性 金属層14の結晶成長を促すことである。

【0070】 Crからなる金属下地層13をスパッタ法 で作製する場合、その結晶性を制御する成膜因子として は、基体11の表面形状、表面状態、若しくは表面温 度、成膜時のガス圧、基体11に印加するバイアス、及 び形成する膜厚等が挙げられる。

【0071】後述する強磁性金属層14の保磁力は金属 下地層 1 3 をなす C r 膜厚が増えるにつれて高くなる が、それに伴い媒体の表面粗さも増大する傾向にある。 しかしながら、記録密度を向上するためには、磁気ヘッ ドの媒体表面からの浮上量を小さくすることが求められ ている。また、金属下地層13をなすCェ層の結晶粒径 はその膜厚が薄いほど小さく、続いてその上に積層され る強磁性金属層 14の結晶粒径も小径化することが分か っている。

【0072】従って、金属下地層13には、その膜厚が 薄くても強磁性金属層14が高い保磁力をもつことがで きるような材料及び製造方法が望ましい。

【0073】本発明に係る磁気記録媒体10は、後述す る製造方法、すなわち工程D(ドライエッチング)、工 なる中間処理工程を備えた製造方法を用いて作製される。つまり、本発明に係る金属下地層13は、前記中間処理工程の後、中間処理によって所定の状態に変化させた表面を有する基体11上に形成される。その結果、基体11上に存在する島状のシード層12や離散的に付着した酸素の影響を受け、金属下地層13をなすCr層の結晶粒が著しく小型化する。この小型化は、上述したNi及び該Niと共析可能で酸素と親和力の高い元素を主とした合金からなる被覆膜11bと非磁性基板11aから構成された基体11を用いることで、さらに促進され10る。

【0074】なお、基体11としてガラス基板を用いる場合に、金属下地層13の下に(Ni-Al)膜を設けても良い。

【0075】(強磁性金属層)本発明における強磁性金属層14としては、コパルト(Co)基合金が好適に用いられ、中でも強磁性金属層14の結晶粒間にCr偏析が生じる材料が望ましい。すなわち、少なくともCoとCrとを含む強磁性金属材料が好ましい。具体的には、CoNiCr、CoCrTa、CoCrPt、CoNiPt、CoNiCrTa、CoCrPtTa等が挙げられる。例えばCoNiCrtは、安価で、成膜雰囲気の影響を受けづらいため、CoCrTaは、媒体ノイズが低いため、CoPt系は、CoNiCrやCoCrTaでは作製が難しい18000e以上の保磁力を実現するために好適に用いられている。

【0077】従って、強磁性金属層14としては、微小な記録磁化を安定に保持するために、磁性結晶粒子の粒径を小さくすると共に、その粒径のばらつきを抑えることが可能な材料及び製造方法が望ましい。

【0078】本発明に係る磁気記録媒体10を構成する 40 強磁性金属層14は、上述した中間処理工程を設けたことにより、粒径が小型化した金属下地層13の上にエピタキシャル成長することで形成される。そのため、磁気記録膜として機能する強磁性金属層14の結晶粒は、金属下地層13の結晶粒の粒径小型化の影響を強く受け、記録膜の粒径も低減する傾向を示す。上記の金属下地層13の項目でも述べたように、この傾向は、上述したNi及び該Niと共析可能で酸素と親和力の高い元素を主とした合金からなる被覆膜11bと非磁性基板11aから構成された基体11を用いることで、さらに強まる。 50

その結果、従来の製造方法による強磁性金属層では10 nmを越える平均粒径の結晶粒から構成されていたのに対し、本発明に係る製造方法で作製された強磁性金属層は最大で30%以上も小さな平均粒径を備え、その粒径のバラツキを表す標準偏差も半減する。これに伴い、媒体に記録された磁化の経時変化の指標となる残留磁化の変化率ΔMも最大で30%以上も改善される。

【0079】したがって、このように微細化された結晶 粒からなる強磁性金属層14を備えた本発明に係る磁気 記録媒体10は、長期安定性に優れた特質を有する。

【0080】また、上記の強磁性金属層 14 として、3元系強磁性合金磁性膜の 1 種である、一般式 C o x C r y G e z で示され、組成比を示す x、y、z が、7 8 \leq x \leq 8 \leq 7、2.5 \leq y \leq 14.5、3.5 \leq z \leq 15、x + y + z = 100 (但し、x、y、z は原子% による組成比を示す)なる関係を満たす組成の磁性膜を適用することもできる。この 3元系強磁性合金磁性膜は本発明者が特願平 11-135038 号(1999年5月14日出願)において提案した材料であり、従来材料には見られない優れた磁気特性を有するものである。

【0081】(磁気記録媒体における高記録密度化)本発明における磁気記録媒体10は、上述した強磁性金属層14の膜面に対し、平行に記録磁化を形成する媒体(面内磁気記録媒体)を指す。とのような媒体では、記録密度を向上するために、記録磁化のさらなる小型化を図る必要がある。との小型化は、各記録磁化の漏れ磁束を減少させるため、磁気ヘッドにおける再生信号出力を小さくする。従って、隣接する記録磁化の影響と考えられている媒体ノイズを、さらに低減するととが望まれている。

【0082】(強磁性金属層の保磁力:Hc、異方性磁界:Hk "'*'"、規格化保磁力:Hc/Hk "'*'"、結晶磁気異方性Ku "'*'")本発明における「強磁性金属層の保磁力:Hc」とは、振動試料型の磁力計(Variable Sample Magnetometer、VSMと呼ぶ)を用いて測定した磁化曲線から求めた媒体の抗磁力である。「結晶粒の異方性磁界:Hk "'*'"」とは、高感度トルク磁力計を用いて測定した回転ヒステリシス損失が完全に消失する印加磁界である。とこで、保磁力および異方性磁界は、基体の表面上に金属下地層を介して強磁性金属層が形成される磁気記録媒体の場合、薄膜面内で測定した値である。また、Hk "'*'"は、Stoner-Wohlfarth 理論によれば、結晶粒が完全に磁気的に孤立した場合に0.5をとることが示されており、この値が規格化保磁力の上限値である。

【0083】なお、J.-G.Zhu and H.N.Bertram: Journa l of Applied Physics, VOL.63,1988, pp.3248 には、 強磁性金属層の規格化保磁力が高いということは、強磁 性金属層を構成する個々の結晶粒の磁気的な相互作用が 50 低下し、高い保磁力が実現できることが記載されてい る。

【0084】本発明における「強磁性金属層の規格化保磁力:Hc/Hk^{gr*in}」とは、保磁力Hcを、結晶粒の異方性磁界Hk^{gr*in}で割った値であり、結晶粒の磁気的孤立性が高まる度合いを表すことが、Magnetization Reversal Mechanism Evaluated by Rotational Hysteresis LossAnalysis for the Thin Film Media" Migaku Takahashi, T.Shimatsu, M.Suekane, M.Miyamura, K.Yamaguchi and H.Yamasaki: IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS, VOL.28, 1992, pp.3285 に示されている。

17

【0085】本発明における「結晶磁気異方性Ku"""」とは、MsとHk""""の積を1/2した数値であり、このKu""""の値が大きいほど熱援乱が抑制され、熱的に安定な媒体であると判断される指標である。【0086】(成膜方法)本発明における成膜方法としては、スパッタリング法が好適に用いられる。磁気記録媒体用のスパッタ装置としては、基体11がターゲットの前を移動しながら薄膜が形成される搬送型と、基体11をターゲットの前に固定して薄膜が形成される静止型が挙げられる。前者は量産性が高いため低コストな媒体20製造に有利であり、後者は基体11に対するスパッタ粒子の入射角度が安定なため記録再生特性に優れる媒体の製造が可能とされている。本発明に係る磁気記録媒体10を製造する際には、搬送型あるいは静止型のいづれかに限定されるものではない。

【0087】(磁気記録媒体の製造方法)本発明に係る磁気記録媒体の製造方法は、基体上に少なくともタングステンを含有するシード層、クロムを主成分とする金属下地層、コバルト基合金からなる強磁性金属層が、順次形成されてなる製造方法であり、成膜室内に前記基体を配置し、所定の真空度まで前記成膜室内を減圧後、該基体を所定の温度に加熱する前処理工程と、前記所定の真空度より高い圧力雰囲気において、前記基体に対してドライエッチング処理する工程D、及び、前記基体上に少なくともタングステンを含有するシード層を島状に堆積させるエ程S、が少なくとも1回以上行われる中間処理工程と、前記シード層上に前記金属下地層及び前記強磁性金属層を順次堆積させる後処理工程と、を少なくとも具備した構成からなっている。

【0088】また、前記中間処理工程が、前記工程D及び前記工程Sに加え、前記所定の真空度より高い圧力雰囲気において、少なくとも1回以上行われる、前記基体を所定の酸素雰囲気に曝す工程Oを具備した構成も、本発明に係る製造方法の一つである。

【0089】以下では、上記製造方法を構成する前処理工程、中間処理工程および後処理工程について述べる。 【0090】(前処理工程)本発明に係る前処理工程は、成膜室内に基体を配置し、所定の真空度まで前記成膜室内を減圧後、該基体を所定の温度に加熱するものである。 【0091】すなわち、成膜室内の減圧により、基体周囲の雰囲気を高真空状態することで、基体表面に付着したガス成分などを取り除くことができる。そして、基体温度を上げることにより、そのガス成分などの除去作用を髙めるとともに、次の中間処理工程の処理条件として望ましい温度に基体温度を変更する。

【0092】ここで、所定の真空度としては、従来の製造装置で採用されている10-7Torr台の到達真空度で構わない。このレベルの到達真空度でも、後述する中間処理工程の作用および効果は得られる。ただし、前処理後に基体の表面上に残存する付着物を量を低減し、次工程への残存ガスの影響を減らす観点から考慮すれば、本発明者が先の特許出願で開示したように、成膜室の到達真空度は10-9Torr台以下とした方が望ましい。

【0093】ただし、上記前処理工程によれば、基体11上に残存する酸素など付着物の絶対量は著しく減らせるが、局所的に見た場合、その残存する付着物が偏在した状態となりやすく、これを均一化させることは難しいと考えられる。

20 【0094】前処理工程後に基体11上に残存する付着物の均一化制御は、後述する中間処理工程の工程Dと工程Oにより達成される。

【0095】(中間処理工程)本発明に係る中間処理工程は、上述した前処理工程における所定の真空度より高い圧力雰囲気において、上記の前処理工程を終えた基体に対してドライエッチング処理する工程D、及び、前記基体上に少なくともタングステンを含有するシード層を島状に堆積させる工程S、が少なくとも1回以上行われるものである。

【0096】また、前記中間処理工程が、工程D及び工程Sに加え、上述した前処理工程における所定の真空度より高い圧力雰囲気において、少なくとも1回以上行われる、前記基体を所定の酸素雰囲気に曝す工程Oを具備した構成としてもよい。

【0097】前記工程Dのドライエッチング処理としては、後述する実施例では、高純度Arガスを用いた高周波スパッタ法を使った。基体11に対して交流電圧を印加する手法であり、基体がマイナス電位となった際に、プラスにイオン化したArが基体表面に衝突することによって、前記の加熱処理後においても基体11の表面上に残存する付着物を物理的に除去する。ドライエッチング処理法は、上記説明の方法に限定されるものではなく、同様の原理に基づくエッチング法、例えばArガスに代えて水索などの反応性ガスをArガスに混合したものを用いたり、高周波スパッタ法の代わりに直流スパッタ法や基体へパイアスを印加しながら行う直流スパッタ法など、を用いたエッチング法であれば、いづれの方法を利用しても構わない。

【0098】前記工程Sの島状シード層12を堆積させ 50 る方法としては、後述する実施例では、W又はこれにC

rを入れたターゲットを用い、高純度Arガスを導入し た雰囲気でターゲットに交流電圧を印加してスパッタリ ングを行い、基体11上にスパッタされた飛翔物を島状 の形態となるように堆積させる方法を用いた。主に、基 体温度、ガス圧および成膜速度を制御することによっ て、所望の形態からなるシード層12を作製した。

【0099】前記工程〇の基体表面を酸素暴露する方法 としては、後述する実施例では、所定の減圧下にある処 理室内に基体11を移動させた後、この処理室内に適量 の酸素ガスを導入し、導入後の処理室内が、前処理工程 10 における所定の真空度より高い圧力雰囲気となるよう に、ガス流入量やガス排気速度などを適宜制御して所望 の圧力に調整する方法を用いた。この制御された酸素雰 囲気に所定の表面形態を備えた基体11を曝すことによ り、基体11の表面に、適当量の酸素を、離散的かつ均 一な分布となるように付着させることができる。

【0100】ここでは酸素ガスを用いたが、同様の作用 が期待できるガス、例えば酸素ガスに不活性ガスを混合 したものなどを代わりに使用してもよい。また、酸素暴 露を行っている最中の基体温度を変えた場合は、ガス流 20 入量などを変更して処理室内の圧力を適宜調整し直せば 同様の作用が得られることは言うまでもない。

【0101】上述した中間処理工程の組合せとしては、 以下のものが挙げられる。但し、括弧付き番号の後の記 載内容A:Bは、A=媒体の名称、B=使用した中間処 理工程における各工程の順序、をそれぞれ表す。

- (1) DS媒体:工程D→工程S
- (2) SD媒体: 工程S→工程D
- (3) DSO媒体:工程D→工程S→工程O
- (4)SDO媒体:工程S→工程D→工程O
- (5) DOS媒体:工程D→工程O→工程S
- (6) DOSD媒体:工程D→工程O→工程S→工程D
- (7) DOSDO媒体: 工程D→工程O→工程S→工程 D→工程O

【0102】後述する実施例で詳細に述べるように、上 記括弧付き番号の大きな中間処理工程の方が、小さなも のに比べて、より微細化された結晶粒からなる強磁性金 属層14が形成できる。

【0103】ただし、本発明に係る中間処理工程は、上 述した7通りに限定されるものではなく、本発明に係る 40 3つの工程による個別の効果を自由に組み合わせ、その 結果として強磁性金属層14を構成する結晶粒の小型化 が図れるならば、工程Dと工程Sと工程Oからなる他の 組合せでも構わない。

【0104】(後処理工程)本発明に係る後処理工程 は、上述した中間処理工程で形成したシード層上に金属 下地層及び強磁性金属層を順欠堆積させるものである。 【0105】本工程における金属下地層と強磁性金属層

の形成方法としては、後述する実施例では、金属下地層 の形成にはCrターゲットを、強磁性金属層の形成には 50

CoCrTa合金ターゲットを、それぞれ用い、髙純度 Arガスを導入した雰囲気でターゲットに直流電圧を印 加してスパッタリングを行い、基体11上にCr膜から なる金属下地層とCoCrTa膜からなる強磁性金属層 を順番に堆積させる方法を用いた。

【0106】後述する実施例では、金属下地層の形成に はCrターゲットを、強磁性金属層の形成にはCoCr Ta合金ターゲットを用いた一例を示したが、本発明の 作用・効果を得るためには、金属下地層用ターゲットと してはCrを主成分とする材料を用いても良く、また強 磁性金属層用ターゲットとしてはCo基合金からなる材 料を使用しても構わない。

【0107】本発明で用いている層構成の媒体、すなわ ち基体11上にCrを主成分とする金属下地層13を介 してCo基合金からなる強磁性金属層 14 が形成されて なる磁気記録媒体では、金属下地層13を構成するCr 膜が(200)配向し、その上に強磁性金属層14がエ ピタキシャル成長して(110)配向しながら生成する ので、金属下地層13の結晶配向性でもって強磁性金属 層14の配向性を良好にすることができる、ことが広く 知られている。したがって、本発明に係る後処理工程が 行われる成膜室には、このエピタキシャル成長が良好に 行われる程度の背圧(すなわち、成膜時に使用するAr ガスを導入する前の到達真空度) が要求される。後述す る実施例では、この背圧を10-7Torr台としたが、本発 明者が国際出願PCT/JP97/01092号公報に おいて開示した技術である、同じ材料系を用いてもさら に高保磁力化が達成できる10- Torr台以下の背圧を本 発明に係る製造方法に適用しても良いのは勿論である。

【0108】(ドライエッチング処理)本発明に係るド ライエッチング処理としては、例えば、放電可能なガス 圧空間内に置かれた基体11に対して、高周波「例えば RF (radio frequency, 13.56MHz)]電源から交流電 圧を印加する手法、いわゆる高周波スパッタ法が好適に 用いられる。この方法の特長は、基体11が導電性でな い場合にも適用可能な点である。ドライエッチング処理 は、基体11の表面に存在するガス成分や付着物の除 去、あるいは基体11への薄膜の密着性向上等を目的と して行われる。しかし、ドライエッチング処理後、基体 11の表面上に形成される薄膜自体の膜質に及ぼす影響 については不明な点が多い。

【0109】後述する実施例では、ドライエッチング処 理は、Arガス雰囲気中に配置された基体11にRF電 力を印加する方法で行った。その際、Arガス圧は1~ 40 [mTorr] が好ましく、例えば200 [W] のRF 電力の場合、処理時間は1~120[秒]の範囲から選 択するとよい。

【0110】(プロセスガス)本発明に係るプロセスガ スとしては、半導体作製用のArガス(不純物濃度:5 ppm以下)が好適に用いられ、シード層、金属下地層又

は強磁性金属層を成膜する場合や、基体表面をドライエ ッチング処理する場合に共通して使われる。

【0111】(基体に負のバイアス印加)本発明におけ る「基体に負のバイアス印加」とは、磁気記録媒体10 としてCr下地膜13や磁性膜14を形成する際、基体 11に対して直流のバイアス電圧を印加することを指 す。適切なバイアス電圧を印加すると、媒体の保磁力が 増大することが分かっている。上述したバイアス印加の 効果は、どちらか一方の膜を作製するときだけ印加した 場合よりも、2層とも印加した場合のほうがより大きい 10 ことが公知である。

【0112】しかし、上記バイアス印加は、基体近傍の 物体、すなわち基体支持部材や基体ホルダーにも作用す る場合が多い。この結果、基体近傍の空間中にガスやダ ストが発生し、成膜中の薄膜に取り込まれ、各種の膜特 性が不安定になるという不都合な状態が生じ易くなる。 【0113】また、基体11へのバイアス印加は、以下

①ガラスなどの非導電性基体には、適用できない。 ②成膜された磁性膜の飽和磁束密度(Ms)が低下す

の問題点もある。

③成膜室内に、複雑な機構部を設ける必要がある。 **Φ基体へのバイアス印加度合いの変化が生じやすく、そ** の結果磁気特性にバラツキが発生しやすい。

【0114】したがって、上記バイアス印加を行わなく ても、目標とする各種の膜特性を得られる作製方法が望 まれている。

【0115】とれに対して、本発明に係る磁気記録媒体 10の製造方法は、基体11に負のバイアス印加を行わ なくても、強磁性金属層14を構成する磁性結晶粒子の 30 粒径を小さくすると共に、その粒径のばらつきを抑制で きるので、上述した不具合も生じないという利点があ

【0116】(金属下地層又は強磁性金属層を形成する 成膜室の到達真空度) 従来、「金属下地層13又は強磁 性金属層 14を形成する成膜室の到達真空度」は、強磁 性金属層14の材料によっては、保磁力の値を左右する 成膜因子の1つとして位置づけられている。特に、強磁 性金属層 14の中にTaを含むCo基の材料では、上記 の到達真空度が低い場合 (例えば、10-6~10-7To rr台の場合) には影響が大きいと考えられてきた。し かし、本発明に係るシード層12を備えた媒体は、到達 真空度が10-7 [Torr] 台の成膜室にて磁性膜14を形 成しても、保磁力の低下は殆どなく、安定な磁気特性を もつことができる。

【0117】(金属下地層又は強磁性金属層を形成する 際の基体の表面温度) 本発明における「金属下地層13 又は強磁性金属層14を形成する際の基体11の表面温 度」は、強磁性金属層14の材料に依存せず、保磁力の 値を左右する成膜因子の1つである。基体11が損傷し 50 よる方法、化学的なエッチングによる方法、物理的な凹

ない範囲であれば、高い表面温度で成膜をした方がより 高い保磁力を実現できる。基体11の損傷とは、そり、 膨れ、割れ等の外的変化や、磁化の発生、発ガス量の増 加等の内的変化を意味する。

22

【0118】本発明に係る基体11上に設けたシード層 12は、金属下地層13又は強磁性金属層14を形成す る際の基体11の表面温度を、所定の温度に保つために 寄与する。一般に、ガラス等の熱伝導率が低い基体で は、基体温度を上げたり、保持することが難しいが、基 体11上に本発明のシード層12を設けることにより、 基体表面を所望の温度に維持できるので、上記不具合は 解消され、安定した磁気特性を有する媒体の形成が可能

【0119】(基体の表面粗さ、Ra) 本発明における 基体11の表面粗さとしては、例えば、ディスク形状か らなる基体表面を、半径方向に測定した場合の、平均中 心線粗さRaがあげられる。測定器としては、例えばRA NKTAYLORHOBSON 社製TALYSTEP が用いられる。

【0120】基体が停止状態から回転を開始した場合 20 や、その逆の場合には、磁気記録媒体10と磁気ヘッド の表面同士が接触及び摺動する (Contact Start Stop. CSSと呼ぶ)。この時、磁気ヘッドの吸着や摩擦係数の 上昇を抑えるため、Raは大きい方が好ましい。一方、 基体が最大の回転数に達した場合には、磁気記録媒体1 0と磁気ヘッドとの間隔、すなわち磁気ヘッドの浮上量 を確保する必要があるので、Raは小さい方が望まし 43

【0121】従って、基体11の表面粗さ、Raの最大 値と最小値は、上述した理由と、磁気記録媒体10に対 する要求スペックから適宜決定される。例えば、磁気へ ッドの浮上量が、 2μ inchの場合は、Ra=6 nm ~8 nm である。

【0122】しかし、さらに高記録密度化を図るために は、磁気ヘッドの浮上量(記録再生動作をする際、磁気 ヘッドが磁気記録媒体10の表面上から離れている距 離)をより小さくする必要がある。この要望に答えるた めには、磁気記録媒体10の表面をより平坦化すること が大切となる。との理由から、基体の表面粗さは、より 小さなものが望ましい。

【0123】したがって、基体の表面粗さがより小さな 場合でも、目標とする各種の膜特性を得られる作製方法 が望まれている。

【0124】とれに対して、本発明に係るシード層12 は、表面粗さRaが7Å(=O.7nm)という超平滑な 基体11上に設けた場合でも有効に機能し、その上に金 属下地層13及び強磁性金属層14を積層した本発明の 媒体は、基体表面とほぼ同じ表面粗さを維持できる。

【0125】 (テクスチャ処理) 磁気記録媒体10にお けるテクスチャ処理としては、例えば、機械的な研磨に

凸膜の付与による方法などが挙げられる。特に、磁気記 録媒体の基体11として、最も広く使われているアルミ ニウム合金基体の場合は、機械的な研磨による方法が採 用されている。例えば、アルミニウム合金基体の表面に 設けた(Ni-P)膜に対して、研削用の塗粒が表面に 接着してあるテープを、回転する基体に押しつけること により、同心円状に軽微なキズを付与する方法がある。 この方法では、研削用の塗粒を、テープから遊離させて 用いる場合もある。

【0126】これに対して、本発明では、上述したよう 10 なテクスチャ処理は行わず、超平滑 [表面粗さRaが7 A(=0.7nm)]な表面に仕上げた基体を用いている ので、高記録密度化を図る際に必要となる磁気ヘッドの 低浮上化に十分対応できる媒体を安定して得られる。

【0127】(磁気記録装置) 図24は本発明に係る磁 気記録装置の一例を示す側断面図であり、図25は図2 5に示す磁気記録装置の平断面図である。 これらの図 は、先に説明した本発明に係る磁気記録媒体10を組み 込んで構成されたコンピュータのHDD(ハードディス クドライブ) 装置(磁気記録装置) の一例を示すもので 20 ある。

【0128】図24に示すように、磁気記録装置30で は、筐体をなすケーシング31の内部に複数枚(図24 に示す例では5枚)の磁気記録媒体10がスペーサ32 と交互にスピンドル33に挿通されて設けられている。 また、ケーシング31には前記スピンドル33の軸受け が設けられるとともに、ケーシング31の外部には前記 スピンドル回転用のモータ(駆動部)34が設けられ、 各磁気記録媒体10がスピンドル33の周回りに回転自 在とされている。

【0129】前記ケーシング31の内部であって前記磁 気記録媒体10の側方側には、軸受け35によって前記 スピンドル23と平行に支持された回転軸36が設けら れ、この回転軸36に複数のスイングアーム37が磁気 記録媒体10側に延出するように取り付けられている。 また図25に示すように、各スイングアーム37の先端 側には三角板状のロードアーム38を介して磁気ヘッド 39が取り付けられている。

【0130】磁気ヘッド39は、薄膜型磁気ヘッド、あ るいはMIG型の磁気ヘッド、またはMIG型の磁気へ 40 ッド素子と読み取り専用の磁気抵抗効果型磁気素子とを 一体化したデュアル型の磁気へッド素子と、スライダと から構成されており、このスライダがロードアーム38 の先端部側に設けられたジンバル部材によって弾性支持 されている。磁気ヘッド39はスイングアーム37の移 動とともに磁気記録媒体10上の任意の位置に移動され るように構成されている。

【0131】上記構成の磁気記録装置30において、磁 気記録媒体10を回転させるとともに、スイングアーム 37を移動させて磁気ヘッド39を磁気記録媒体10上 50 013:ロードロック式静止対向型)であり、全ての真

の任意の位置に移動させて磁気記録媒体10を構成する 強磁性金属層(磁気記録層)14に磁気ヘッド39の発 生させた磁界を作用させることで磁気記録媒体10に所 望の磁気情報を磁化パターンとして書き込むことができ る。また、スイングアーム37を移動させて磁気ヘッド 39を磁気記録媒体10上の任意の位置に移動させて磁 気記録媒体10の強磁性金属層(磁気記録層)14から の漏れ磁界を磁気ヘッド39で検出することで磁気情報 の読み出しを行うととができる。

24

【0132】とのように磁気情報の読出と書込を行う場 合、強磁性金属層(磁気記録層)14が上述したように 小型で微細な結晶粒から構成されて優れた磁気特性を有 しているならば、強磁性金属層14をなす磁性膜の熱擾 乱を抑制できるので、磁気記録装置30の内部がモータ 34の熱を受けて、例えば、100℃を越える高い温度 に加熱されつつ使用された場合であっても、強磁性金属 層14をなす磁性膜の磁気特性が劣化するのを抑制でき る。また、長期間使用し、長時間加熱されることがあっ ても、強磁性金属層 1 4 の磁気記録再生特性に劣化や変 動が生じにくい、記録再生特性の優れた磁気記録装置3 0を提供できる。

【0133】なお、図24と図25に基づき先に説明し た磁気記録装置30は磁気記録装置の一例を示すもので あり、磁気記録装置に設ける磁気記録媒体の枚数は1枚 以上の任意の数で良く、また装置に設ける磁気ヘッド3 9の数も1個以上であれば任意の数として構わない。さ らに、スイングアーム37の形状や駆動方式も図面に示 すものに限らず、リニア駆動方式等、その他の方式のも のでも良いととは言うまでもない。

[0134]

【実施例】以下に実施例をあげて本発明をより詳細に説 明するが、本発明がとれら実施例に限定されるととはな 41

【0135】(実施例1):DS媒体

本例では、ドライエッチング処理を終えた基体上に少な くともタングステンを含有するシード層を島状に堆積さ せた後、シード層上に金属下地層及び強磁性金属層を順 次堆積させる方法、すなわち本発明に係る中間処理工程 が、工程D(基体に対してドライエッチング処理する工 程)及び工程S(基体上に少なくともタングステンを含 有するシード層を島状に堆積させる工程) からなり、前 記工程D、前記工程Sの順に行われる場合(請求項6に 対応:以下では第一の磁気記録媒体の製造方法と呼称す る。)について説明する。との製造方法により、基体上 に少なくともタングステン(W)を含有する島状シード 層を設ける効果を確認するため、以下ではWのみからな るシード層を備えた媒体を作製した。

【0136】本例で媒体作製に用いたスパッタ装置は、 アネルバ製のマグネトロンスパッタ装置(型番1LC3

26

空チャンバー [仕込/取り出し室(兼エッチング室), 成膜室1,成膜室2,成膜室3]の内壁は、複合電解研 磨処理がしてある。表1は、本例の磁気記録媒体を作製*

25

*する時の成膜条件である。

[0137]

【表1】

項目	設 定 値
・基体の材質	Al-Mg合金 [膜厚10μmの (Ni-P) めっき膜付き]
・基体の直径および形状	89mm、ディスク形状
・基体の表面形状	テクスチャ無、Ra:7A以下
[共通するプロセス条件]	
・到達真空度	10 ⁻⁷ [Torr] 台以下 (全室とも同じ)
・プロセスガス	Ar (不純物濃度: 5ppm 以下)
[ドライエッチング条件]	
・エッチング時間	5 [秒]
・Arガス圧	2 [mTorr]
・基体へ印加したRF電力	200 [W]
・基体表面の保持温度	200 [℃]
[シード層の形成条件]	
・ターゲットの材料	W (純度: 3N)
・Aェガス圧	5 [mTorr]
• 成際速度	2. 0 [A/P]
・膜壁	1 nm (成膜速度より算出)
[金属下地層の形成条件]	
・ターゲットの材料	Cr (純度:3N)
Arガス圧	5 [mTorr]
・成膜速度	12. 5 [A/秒]
・膜厚	10 nm (成膜速度より算出)
[強磁性金属層の形成条件]	
ターゲットの材料	Co, Cr, Ta, [at%] (純度:3N)
A 1 ガス圧	5 [mTorr]
- 成膜速度	15. 0 [A/D]
- 膜草	10nm (成膜速度より算出)

【0138】以下に、本例の磁気記録媒体の作製方法に ついて、手順を追って説明する。以下の括弧付き番号 は、その手順を表す。

【0139】なお、図15には、本例に係る第一の製造 方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と 試料の模式的断面とを合わせて示した。

(A1) 基体11としては、内/外径が25mm/89 mm、厚さがO.80mmのディスク形状をしたアルミ ニウム合金基板 1 1 a を用い、そのアルミニウム合金基 板の表面上には、めっき法により厚さ10 µmの(Ni -P) 膜11bを設けた。この(Ni-P) 膜の表面は 機械的な手法で超平滑研磨されたものであり、従来媒体 の基体51に設けてある同心円状の軽微なキズ (テクス チャー) は付いていない。本例で用いた(Ni-P)膜 11bの表面粗さは平均中心線粗さRaが7A以下であ

(A2)上記基体11に対して、後述する成膜の前に、: 機械的および化学的な手法による洗浄処理、及び熱風な どによる乾燥処理を行った。

(A3)上記の乾燥処理が済んだ基体11を、スパッタ 装置の仕込室に配置された材質がアルミからなる基体ホ ルダーにセットした。所望の真空排気手段を用いて仕込 室の内部を、到達真空度が10-7Torr台となるまで排気 した。その後、基体に対して、赤外線ランプで200 *C、5分間の加熱処理を行った(前処理工程)。

5 ppm以下のArガスを導入しガス圧を10 mTorrとした 後、基体11に対してRF電源から所定の電圧を印加 し、基体表面をドライエッチングした(中間処理工程の 工程D)。その条件は、ガス圧力2mTorr、印加電力2 00♥、処理時間5秒とした。

(A5) エッチング室からシード層作製用の成膜室1 に、前記の基体ホルダーを移動した。移動した後も基体 11は、赤外線ランプにて、200℃に加熱保持した。 但し、成膜室1は事前に到達真空度が10-7Torr台まで 排気してあり、前記の基体ホルダー移動後は、エッチン グ室と成膜室1の間にあるドアバルブは閉じた。シード 層作製用のターゲットとしては、W(純度:3N)を用

(A6)成膜室1の中にArガスを導入し成膜室1のガ ス圧を5mTorrとした後、Wターゲットに直流電源から 所定の電圧を印加してプラズマを発生させた。その結 果、Wターゲットはスパッタされ、ターゲットと平行し て対向する位置にある基体 1 1 の表面上に、成膜速度か ら算出した膜厚が1 n mの島状Wからなるシード層12 を形成した(中間処理工程の工程S)。

(A7)成膜室1から金属下地層作製用の成膜室2に、 前記の基体ホルダーを移動した。移動した後も基体11 は、赤外線ランプにて、200℃に加熱保持した。但 し、成膜室2は事前に到達真空度が10-7Torr台まで排 気してあり、前記の基体ホルダー移動後は、成膜室1と (A4) 仕込室 (兼エッチング室) 内に、不純物濃度が 50 成膜室2の間にあるドアパルブは閉じた。金属下地層作 製用のターゲットとしては、Cr(純度:3N)を用いた。

(A8) 成膜室2の中にArガスを導入し成膜室2のガス圧を5mTorrとした後、Crターゲットに直流電源から所定の電圧を印加してプラズマを発生させた。その結果、Crターゲットはスパッタされ、ターゲットと平行して対向する位置にある基体の表面上に、金属下地層13として膜厚10nmのCr層を形成した(後処理工程の金属下地層の形成)。

(A9) Cr層を形成した後、成膜室2から強磁性金属 10層作製用の成膜室3に、前記の基体ホルダーを移動した。移動した後も基体11は、赤外線ランプにて、200℃に加熱保持した。但し、成膜室3は事前に到達真空度が10-7でで台まで排気してあり、前記の基体ホルダー移動後は、成膜室2と成膜室3の間にあるドアバルブは閉じた。強磁性金属層作製用のターゲットとしては、78at%Co,17at%Cr,5at%Taからなる合金ターゲット(純度:3N)を用いた。

(A10) 成膜室3の中にArガスを導入し成膜室3のガス圧を5mTorrとした後、CoCrTaターゲットに直流電源から所定の電圧を印加してブラズマを発生させた。その結果、CoCrTaターゲットはスパッタされ、ターゲットと平行して対向する位置にあるCr層付き基体の表面上に、強磁性金属層14として膜厚10nmのCoCrTa層を形成した(後処理工程の強磁性金属層の形成)。

(A11) CoNiCr層を形成した後、成膜室3から取り出し室に前記の基体ホルダーを移動した。その後、取り出し室にNzガスを導入して大気圧としてから基体を取り出した。

【0140】上記工程(A1)~(A11)により、層構成がA1/NiP/W/Cr/CoCrTaからなる磁気記録媒体 [以下では試料 α (W)と呼称する。] の作製を終えた。すなわち、本例で作製した媒体は、Wのみからなるシード層を備えた媒体である。

【0141】(実施例2)本例では、実施例1のWターゲットに代えて、シード層形成用のターゲットとしてW1.0 C r1.2 合金(純度:3 N)を用い、他の点は実施例1と同様として、層構成がA 1 N i P W C r /C r

【0142】(比較例1)本例では、実施例1のシード層を設けず、他の点は実施例1と同様として、層構成がA1/N i P/C r /C o /C r /C a からなる従来の磁気記録媒体 [以下では試料/ a (無)と呼称する。] を作製した。

【0143】(比較例2)本例では、実施例1の島状Wシード層の代わりに、平坦な二次元状Wシード層を設け、他の点は実施例1と同様として、層構成がA1/N $iP/W/Cr/CoCrTaからなる磁気記録媒体 [以下では試料<math>\alpha$ (Wf)と呼称する。]を作製した。その際、Wシード層の膜厚は5nmとした。

28

【0144】(比較例3)本例では、実施例1のWターゲットに代えて、シード層を形成するターゲットとしてCr(純度:3N)を用い、他の点は実施例1と同様として、層構成がA1/NiP/Cr/Cr/CoCrTaからなる磁気記録媒体[以下では試料α(Cr)と呼称する。]を作製した。

【0145】図2は、実施例1の媒体作製条件において、基体11上にWシード層12を形成した後、Wシード層12の形態をシード層12の上方より走査電子顕微鏡(SEM)で観測した写真である。この写真より、Wシード層12は、二次元的な平坦膜ではなく、局所的に点在した形状からなる島状膜であることが明らかとなった。

【0146】図3~7は、本発明に係る第一の製造方法により作製した媒体の強磁性金属層14の表面を透過電子顕微鏡(TEM)で観測(倍率:85万倍)したTEM像から、強磁性金属層14を構成する磁性結晶粒子の粒径を算出し、その度数分布を纏めたグラフである。図3は島状のWシード層を設けた媒体[実施例1の試料α(W)]、図4は島状のWCrシード層を設けた媒体[実施例2の試料α(WCr)]、図5はシード層が無い従来媒体[比較例1の試料α(無)]、図6は平坦な二次元状のWシード層を設けた媒体[比較例2の試料α(Wf)]、図7は島状のCrシード層を設けた媒体[比較例3の試料α(Cr)]、の結果をそれぞれ示す

【0147】図3~7より、以下の点が明らかとなった。

①基体と金属下地層との間に島状のWシード層を設けた 媒体(図3)は、シード層の無い従来媒体(図5)に比べて、強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子の粒径の度 数分布が小さくなる。特に、結晶粒径の大きい結晶粒子 の数が減少する。

○ ②島状のWシード層にCrを添加した場合(図4)には、上記②の傾向が更に明確となる。

③一方、二次元状の平坦膜からなるWシード層を設けた 媒体(図6)は、シード層の無い従来媒体(図5)よ り、平均粒径近傍の結晶粒子の数は増加するが、結晶粒 径の大きい結晶粒子の数も増えてしまう。よって、二次 元状の平坦膜からなるWシード層を設けた媒体(図6) には、上記①の効果が無いと判断した。

②また、上記②の傾向は島状の○ r シード層を設けた媒体(図7)では見られない。

50 表2は、上述したTEM顕微鏡の観測から求めた、強**磁**

* c、及び、媒体に記録された磁化の経時変化の指標とな

[0148]

【表2】

性金属層 1 4 を構成する磁性結晶粒子の平均粒径 d [n m]、磁性結晶粒子の標準偏差σ[nm]、及び磁性結 晶粒子の標準偏差σをその平均粒径dで割った値である 粒径分散C.V.grain、を各試料ととに纏めた結果であ る。また表2には、VSMで測定した各媒体の保磁力H*

試料名称	平均粒径 d [nm]	標準偏差 σ[nm]	粒径分散 C.V.grain	保磁力 Hc[kOe]	経時変化 ΔM[%/年]
a (W)	9.8	3. 23	0.33	1.50	8. 7
a (WCr)	9. 5	3. 10	0.33	1.48	8. 5
α (無)	10.8	3. 68	0.34	1.53	10.7
a (Wf)	11.5	3. 67	0.32	1.50	10.6
a (Cr)	10.6	3. 51	0.33	1. 55	10.6

【0149】表2から、以下の点が明らかとなった。 ⑤基体と金属下地層との間に島状のWシード層を設けた 媒体 [α(W)]は、シード層の無い従来媒体 [α (無)] に比べて、強磁性金属層を構成する磁性結晶粒 子の平均粒径αとその標準偏差σが同時に小さくなり、 かつ、残留磁化の経時変化ΔMも約20%程度少なくな る。しかしながら、その際、媒体の保磁力は殆ど変化す ることはない。但し、粒径分散C.V.grainには変化が見

⑥₩シード層にCrを添加した場合 [α(WCr)]に は、上記④の傾向が更に強まる。

(Wf)]では、平均粒径dがシード層の無い従来媒体 $[\beta(無)]$ より増加し、標準偏差 σ や粒径分散C.V.grainは変化なく、残留磁化の変化率AMに関しても改善 が見られない。

8ところが、上記6の傾向は島状のCrシード層を設け た媒体 [α (Cr)]では殆ど見られない。

従って、本発明に係る第一の磁気記録媒体の製造方法、 すなわち、ドライエッチング処理を終えた基体11上に 少なくともタングステンを含有するシード層12を島状 に堆積させた後、シード層12上に金属下地層13及び 強磁性金属層14を順次堆積させる方法を用いることに より、基体11上に島状膜として設けた少なくともWか らなるシード層12は、Co系強磁性金属層14の結晶 配向性を制御するCr系金属下地層13の結晶配向性を 阻害することなく、その上に形成される金属下地層13 の結晶粒子が初期成長する核として機能し、金属下地層 13の結晶粒子の小径化をもたらし、更にはその上に形 40 成される強磁性金属層14を構成する磁性結晶粒子の平 均粒径及びその標準偏差を小さくすることが明らかとな った。その結果、残留磁化の経時変化AMが小さな媒体 が得られることが分かった。

【0150】そして、この効果は、金属下地層13の膜 厚や記録層として機能する強磁性金属層14の膜厚を変 更することなく、シード層 1 2 の作製条件によってのみ 制御できるので、所望の磁気特性を有する媒体を形成す るために、金属下地層13の膜厚や強磁性金属層14の 膜厚を自由に設計変更できるという利点をもたらす。

る残留磁化の変化率AMも同時に記載した。

【0151】よって、本発明に係る第一の磁気記録媒体 の製造方法によれば、強磁性金属層14を構成する磁性 結晶粒子の粒径を小さく保ちながら、各種磁気特性の媒 体が容易に製造できるので、媒体設計の自由度が高い製 造ラインを構築できる。

【0152】(実施例3):SD媒体

本例では、吸着ガスが残存する基体表面上に少なくとも タングステンを含有するシード層を島状に堆積させ、次 にシード層表面に対してドライエッチング処理を行った 後、シード層上に金属下地層及び強磁性金属層を順次堆 積させる方法、すなわち本発明に係る中間処理工程が、 工程D(基体に対してドライエッチング処理する工程) 及び工程S(基体上に少なくともタングステンを含有す るシード層を島状に堆積させる工程)からなり、前記工 程S、前記工程Dの順に行われる場合(請求項7に対・ 応:以下では第二の磁気記録媒体の製造方法と呼称す る。) について説明する。この製造方法により、基体上 に少なくともタングステン(♥)を含有する島状シード 層を設ける効果を確認するため、以下ではWのみからな るシード層を備えた媒体を作製した。

【0153】本例で媒体作製に用いたスパッタ装置は、 実施例1と同じアネルバ製のマグネトロンスパッタ装置 である。表3は、本例の磁気記録媒体を作製する時の成 膜条件である。

[0154]

【表3】

項目	設定値
7 0	
・基体の材質	A 1 -M g 合金 [膜厚 1 0 μ mの (N i - P) めっき膜
	付き]
・基体の直径および形状	89mm、ディスク形状
・基体の表面形状	テクスチャ無、Ra:7A以下
	·
[共通するプロセス条件]	
・到達真空度	10 ⁻⁷ [Torr] 台以下 (全室とも同じ)
・プロセスガス	Ar (不純物濃度: 5 ppm 以下)
[シード層の形成条件]	
・ターゲットの材料	W (純度:3N)
・Arガス旺	5 [mTorr]
・成臨速度	2. 0 [A/D]
・膜厚	0.5 nm (成膜速度より算出)
[ドライエッチング条件]	
・エッチング時間	10 [秒]
・Aェガス圧	5 [mTorr]
・基体へ印加したRF電力	50 [W]
・基体表面の保持温度	200 [C]
	2001
[金属下地層の形成条件] ・ターゲットの材料	Cr (純度: 3 N)
・クークットの例料 ・Aェガス圧	5 [mTorr]
・成膜速度	12. 5 [A/秒]
・膜厚	10 nm (成膜速度より算出)
[強磁性金属層の形成条件]	A C MAN (WICKER & 7 SPILL)
・ターゲットの材料	Co _{7 s} Cr, Ta ₅ [at%] (純度: 3 N)
· A r # > E	5 [mTorr]
- 成膜速度	15. 0 [A/10]
・膜厚	10 nm (成膜速度より算出)

【0155】以下に、本例の磁気記録媒体の作製方法に ついて、手順を追って説明する。以下の括弧付き番号 は、その手順を表す。

【0156】なお、図16には、本例に係る第二の製造 方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と 試料の模式的断面とを合わせて示した。

(B1) 基体11としては、内/外径が25mm/89 mm、厚さが0.80mmのディスク形状をしたアルミ ニウム合金基板11aを用い、そのアルミニウム合金基 板の表面上には、めっき法により厚さ10µmの(Ni -P) 膜11bを設けた。この(Ni-P) 膜の表面は 機械的な手法で超平滑研磨されたものであり、従来媒体 の基体51に設けてある同心円状の軽微なキズ (テクス チャー) は付いていない。本例で用いた (Ni-P) 膜 11bの表面粗さは平均中心線粗さRaが7A以下であ った。

(B2)上記基体11に対して、後述する成膜の前に、 機械的および化学的な手法による洗浄処理、及び熱風な どによる乾燥処理を行った。

(B3)上記の乾燥処理が済んだ基体11を、スパッタ 装置の仕込室に配置された材質がアルミからなる基体ホ ルダーにセットした。所望の真空排気手段を用いて仕込 室の内部を、到達真空度が10-7Torr台となるまで排気 した。その後、基体に対して、赤外線ランプで200 ℃、5分間の加熱処理を行った(前処理工程)。

の基体ホルダーを移動した。移動した後も基体11は、 赤外線ランプにて、200℃に加熱保持した。但し、成 膜室1は事前に到達真空度が10-7Torr台まで排気して あり、前記の基体ホルダー移動後は、エッチング室と成 膜室1の間にあるドアバルブは閉じた。シード層作製用 30 のターゲットとしては、W(純度:3N)を用いた。

(B5)成膜室1の中にArガスを導入し成膜室1のガ ス圧を5mTorrとした後、Wターゲットに直流電源から 所定の電圧を印加してプラズマを発生させた。その結 果、Wターゲットはスパッタされ、ターゲットと平行し て対向する位置にある基体11の表面上に、成膜速度か ら算出した膜厚が0.5nmの島状Wからなるシード層 12を形成した(中間処理工程の工程S)。

(B6)成膜室1から仕込室 (兼エッチング室) に、前 記の基体ホルダーを移動した。移動した後も基体11 は、赤外線ランプにて、200℃に加熱保持した。エッ チング室内に、不純物濃度が5 ppmのArガスを導入し ガス圧を10mTorrとした後、基体12に対してRF電 源から所定の電圧を印加し、基体表面をドライエッチン グした(中間処理工程の工程D)。その条件は、ガス圧 力5mTorr、印加電力50W、処理時間10秒とした。 (B7) エッチング室から金属下地層作製用の成膜室2 に、前記の基体ホルダーを移動した。移動した後も基体

11は、赤外線ランプにて、200℃に加熱保持した。 但し、成膜室2は事前に到達真空度が10-7 Torr台まで (B4) 仕込室からシード層作製用の成膜室1に、前記 50 排気してあり、前記の基体ホルダー移動後は、エッチン

る。

グ室と成膜室2の間にあるドアバルブは閉じた。金属下 地層作製用のターゲットとしては、Cr (純度:3N) を用いた。

(B8) 成膜室2の中にArガスを導入し成膜室2のガ ス圧を5mTorrとした後、Crターゲットに直流電源か ら所定の電圧を印加してプラズマを発生させた。その結 果、CFターゲットはスパッタされ、ターゲットと平行 して対向する位置にある基体の表面上に、金属下地層1 3として膜厚10nmのCr層を形成した(後処理工程 の金属下地層の形成)。

(B9) Cr層を形成した後、成膜室2から強磁性金属 層作製用の成膜室3 に、前記の基体ホルダーを移動し た。移動した後も基体11は、赤外線ランプにて、20 0℃に加熱保持した。但し、成膜室3は事前に到達真空 度が10-7Torr台まで排気してあり、前記の基体ホルダ -移動後は、成膜室2と成膜室3の間にあるドアバルブ は閉じた。強磁性金属層作製用のターゲットとしては、 78at%Co, 17at%Cr, 5at%Taからな る合金ターゲット(純度:3N)を用いた。

(B10) 成膜室3の中にArガスを導入し成膜室3のガ 20 ス圧を5mTorrとした後、CoCrTaターゲットに直 流電源から所定の電圧を印加してプラズマを発生させ た。その結果、CoCrTaターゲットはスパッタさ れ、ターゲットと平行して対向する位置にあるC r 層付 き基体の表面上に、強磁性金属層14として膜厚10n mのCoCrTa層を形成した(後処理工程の強磁性金 属層の形成)。

(B11) CoNiCr層を形成した後、成膜室3から取 り出し室に前記の基体ホルダーを移動した。その後、取 り出し室にNzガスを導入して大気圧としてから基体を 取り出した。

【0157】上記工程(B1)~(B11)により、層構 成がAl/NiP/W/Cr/CoCrTaからなる磁 気記録媒体 [以下では試料β(W)と呼称する。]の作 製を終えた。すなわち、本例で作製した媒体は、Wのみ からなるシード層を備えた媒体である。

【0158】上記の媒体作製条件において、基体上に▼ シード層を形成した後、Wシード層の形態をSEM顕微 鏡で観測したところ、本例に係るWシード層も実施例1 で作製した図2に示す₩シード層と同様の島状であると とが確認された。

【0159】(実施例4)本例では、実施例3の₩ター ゲットに代えて、シード層形成用のターゲットとして₩ ,, Cr,, 合金(純度:3N)を用い、他の点は実施例3 と同様として、層構成がAl/NiP/WCr/Cr/ CoCrTaからなる磁気記録媒体[以下では試料& (WCr)と呼称する。]を作製した。すなわち、本例 で作製した媒体は、WCr合金からなるシード層を備え た媒体である。ととで、各元素の後に記載した数字は、 その元素の比率を原子%(at%)で表記したものであ 50 構成する磁性結晶粒子は、結晶粒径の小さい結晶粒子の

【0160】(比較例4)本例では、実施例3のシード 層を設けず、他の点は実施例3と同様として、層構成が Al/NiP/Cr/CoCrTaからなる従来の磁気 記録媒体[以下では試料β(無)と呼称する。]を作製 した。

【0161】(比較例5)本例では、実施例3の島状₩ シード層の代わりに、平坦な二次元状₩シード層を設 け、他の点は実施例3と同様として、層構成がA1/N i P/W/Cr/CoCrTaからなる磁気記録媒体 [以下では試料 α (\mathbb{W} f)と呼称する。]を作製した。 その際、₩シード層の膜厚は7.5nmとした。 【0162】(比較例6)本例では、実施例3の₩ター ゲットに代えて、シード層を形成するターゲットとして Cr(純度:3N)を用い、他の点は実施例3と同様と して、層構成がA1/NiP/Cr/Cr/CoCrT aからなる磁気記録媒体[以下では試料B(Cr)と呼 称する。〕を作製した。

【0163】図8~12は、本発明に係る第二の製造方法 により作製した媒体の強磁性金属層14の表面を透過電 子顕微鏡 (TEM) で観測 (倍率:85万倍) したTE M像から、強磁性金属層14を構成する磁性結晶粒子の 粒径を算出し、その度数分布を纏めたグラフである。図 8は島状の♥シード層を設けた媒体 [実施例3の試料 & (W)]、図9は島状のWCrシード層を設けた媒体 [実施例5の試料β(WCr)]、図10はシード層が無 い従来媒体 [比較例4の試料8(無)]、図11は平坦な 二次元状のWシード層を設けた媒体 [比較例5の試料8 (Wf)]、図12は島状のCrシード層を設けた媒体 [比較例6の試料B(Cr)]、の結果をそれぞれ示

【0164】図8~12より、以下の点が明らかとなっ

のシード層の無い従来媒体(図10)に比べて、基体と金 属下地層との間に島状の₩シード層を設けた媒体(図 8)では、強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子は、そ の平均粒径近傍の結晶粒子の数が大幅に増加すると共 に、粒径の度数分布も小さくなる。特に、結晶粒径の大 きい結晶粒子の数が著しく減少する。

②Wシード層にCrを添加した場合(図9)には、上記 **の**の傾向が更に強まる。

3一方、シード層の無い従来媒体(図10)に比べて、二 次元状の平坦膜からなる₩シード層を設けた媒体(図1 1) では、結晶粒径の大きい結晶粒子の数が若干減少す るが、その平均粒径近傍の結晶粒子の数は低下する。従 って、二次元状の平坦膜からなるWシード層を設けた媒 体(図11)には、上記〇の効果は見られない。

毎シード層の無い従来媒体(図10)に比べて、島状のC rシード層を設けた媒体(図12)では、強磁性金属層を

数は若干減少するが、上記のとは逆に、平均粒径近傍の 結晶粒子の数が減少する傾向が見出された。

【0165】表4は、上述したTEM顕微鏡の観測から 求めた、強磁性金属層 14を構成する磁性結晶粒子の平 均粒径d [nm]、磁性結晶粒子の標準偏差 σ [n m]、及び磁性結晶粒子の標準偏差のをその平均粒径d* *で割った値である粒径分散C.V.grain、を各試料ととに 纏めた結果である。また表4には、VSMで測定した各 媒体の保磁力Hcも同時に記載した。

[0166]

【表4】

試料名称	平均粒径	標準偏差	粒径分散	保磁力
	d [nm]	σ [nm]	C.V.grain	Hc[kOe]
β (W)	8. 0	2. 5 2	0. 32	1. 49
β (WCr)	7. 7	2. 3 4	0. 30	1. 50
β (無)	10. 8	3. 6 8	0. 34	1. 53
β (W f)	10. 7	3. 8 2	0. 36	1. 47
β (Cr)	11. 0	3. 8 2	0. 35	1. 47

(19)

【0167】表4から、以下の点が明らかとなった。 ⑤基体と金属下地層との間に島状のWシード層を設けた 媒体 [β(W)]は、シード層の無い従来媒体 [β (無)] に比べて、強磁性金属層を構成する磁性結晶粒 子の平均粒径αとその標準偏差σが同時に著しく低減 し、かつ、粒径分散C.V.grainも減少する。との傾向 は、上述した本発明に係る第一の磁気記録媒体の製造方 法を用いた場合(実施例1)より強く現れる。 **⑥**♥シード層にCrを添加した場合[β(♥Cr)]に は、上記6の傾向が特に強まり、シード層の無い従来媒 体[8(無)]に比べて30%程度小さな平均粒径を有

する磁性結晶粒子からなる強磁性金属層が得られる。 のとれに対して、平坦な二次元状の₩シード層を設けた 媒体 [β(Wf)]では、平均粒径とそシード層の無い 従来媒体[β(無)]と同程度だが、標準偏差σや粒径 分散C.V.grainは増加し、保磁力Hcも若干低いことか ら、上記6の傾向とは逆であることが分かった。

8一方、₩シード層にCrを添加した場合[β(cr)] には、上記6とは逆の傾向、すなわち平均粒径 d、標準 偏差σ及び粒径分散C.V.grainが全て増加する傾向が見 出された。

従って、本発明に係る第二の磁気記録媒体の製造方法、 すなわち、吸着ガスが残存する基体11の表面上に少な くともタングステンを含有するシード層12を島状に堆 積させ、次にシード層12の表面に対してドライエッチ ング処理を行った後、シード層12上に金属下地層13 及び強磁性金属層 1 4 を順次堆積させる方法を用いると とによって、上述した第一の磁気記録媒体の製造方法よ 40 り微小な島状₩シード層12を基体11上に形成できる ので、その上に順次堆積させた金属下地層13及び強磁 性金属層14を構成する結晶粒子も更に小径化がすす

【0168】特に、第二の磁気記録媒体の製造方法によ れば、強磁性金属層14を構成する磁性結晶粒子の平均 粒径 d、標準偏差 σ 及び粒径分散 C.V. grain の全てを同 時に低減でき、この効果は、金属下地層13の膜厚や記 録層として機能する強磁性金属層 14の膜厚を変更する ことなく、シード層12の作製条件によってのみ実現で 50 理室は事前に到達真空度が10-9 Torr台まで排気してあ

きる。つまり、第二の磁気記録媒体の製造方法を用いれ ば、強磁性金属層14を構成する磁性結晶粒子の形態は 気にすることなく、金属下地層13の膜厚や強磁性金属 層14の膜厚を自由に変えることによって、記録ヘッド 側が望む所定の磁気特性を有する媒体を容易に作製でき

【0169】(実施例5):DSO媒体

20 本例では、実施例1の中間処理工程の後、さらに基体を 所定の酸素雰囲気に曝す工程〇を行った場合、すなわち 本発明に係る中間処理工程が、工程D、工程S、工程O の順に行われる場合(請求項9に対応:以下では第三の 磁気記録媒体の製造方法と呼称する。) について説明す

【0170】なお、図17には、本例に係る第三の製造 方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と 試料の模式的断面とを合わせて示した。

【0171】本例では、上記工程〇として、「処理室内 を3×10⁻³Torrまで減圧後、酸素ガスを導入し、1× 10-7Torrの減圧雰囲気において基板表面を酸素で35 秒間暴露する処理条件」を用いた。以後、この処理条件 を酸素暴露量3.5 L (ラングミュア) と呼称する。 【0172】ととで、「L:ラングミュア」は酸素暴露 量の指標であり、OLは酸素暴露なし、1Lは1×10 -'Torrで10秒の暴露、1.5Lは1×10-'Torrで1 5秒の暴露、3. 5 Lは1×10⁻⁷ Torrで35秒の暴露 に相当する。なお、1 Lについて、1×10-6Torrで1 秒の暴露でも1×10-7Torrで10秒の暴露と等価な条 件となるが、1秒では暴露時間が短すぎて酸素吸着が完 全になされない恐れがあることを考慮し、本例では1× 10-7Torrで暴露時間35秒とすることによって暴露条 件を3.5 Lとした。

【0173】具体的には、工程(A6)と工程(A7) との間に次の工程(C5-1)~(C5-3)を追加し た。

(C5-1)成膜室1から酸素暴露用の処理室に、前記 の基体ホルダーを移動した。移動した後も基体11は、 赤外線ランプにて、200℃に加熱保持した。但し、処 り、前記の基体ホルダー移動後は、成膜室 1 と処理室の間にあるドアバルブは閉じた。

(C5-2)処理室内へ所定量の酸素ガスを導入し、 1×10^{-7} Torrの減圧雰囲気において基体11の表面を酸素で35 秒間暴露した [図17(c) \rightarrow (d)]。

(C5-3)酸素ガスの導入を停止し、処理室の到達真空度を10-プTorr台まで排気後、処理室から金属下地層作製用の成膜室2に、前記の基体ホルダーを移動した。 (0174)ただし、上記製造方法ではシード層としてWCr膜を用いた。すなわち、実施例2と同様に、実施 10例1のWターゲットに代えて、シード層形成用のターゲットとしてW₂₈Cr₂₂合金(純度:3N)を用いた。

【0175】他の点は実施例1と同様として、層構成がA1/NiP/WCr/Cr/CoCrTaからなる磁気記録媒体 [以下では試料 γ (DSO)と呼称する。]を作製した。

【0176】(実施例6):SDO媒体

本例では、実施例3の中間処理工程の後、さらに基体を 所定の酸素雰囲気に曝す工程〇を行った場合、すなわち 本発明に係る中間処理工程が、工程S、工程D、工程O 20 の順に行われる場合(請求項10に対応:以下では第四 の磁気記録媒体の製造方法と呼称する。)について説明 する

【0177】なお、図18には、本例に係る第四の製造方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と 試料の模式的断面とを合わせて示した。

【0178】 CCで、上記工程Oとしては、実施例5と同じ処理条件、すなわち「処理室内を3×10-*Torrまで減圧後、酸素ガスを導入し、1×10-*Torrの減圧雰囲気において基板表面を酸素で35秒間暴露する処理条 30件(酸素暴露量3.5Lの処理条件)」を用いた。

【0179】具体的には、工程(B6)と工程(B7) との間に次の工程(C6-1)~(C6-3)を追加した。

(C6-1) エッチング室から酸素暴露用の処理室に、前記の基体ホルダーを移動した。移動した後も基体11は、赤外線ランプにて、200℃に加熱保持した。但し、処理室は事前に到達真空度が10°³Torr台まで排気してあり、前記の基体ホルダー移動後は、エッチング室と処理室の間にあるドアバルブは閉じた。

(C6-2)処理室内へ所定量の酸素ガスを導入し、1 ×10⁻⁷Torrの減圧雰囲気において基体11の表面を酸素で35秒間暴露した[図18(c)→(d)]。

(C6-3)酸素ガスの導入を停止し、処理室の到達真 空度を10-8Torr台まで排気後、処理室から金属下地層 作製用の成膜室2に、前記の基体ホルダーを移動した。 【0180】ただし、上記製造方法ではシード層として

WCr膜を用いた。すなわち、実施例4と同様に、実施例3のWターゲットに代えて、シード層形成用のターゲットとしてWacCrac合金(純度:3N)を用いた。

【0181】他の点は実施例3と同様として、層構成が $AI/NiP/WCr/Cr/CoCrTaからなる磁 気記録媒体 [以下では試料<math>\gamma$ (SDO)と呼称する。] を作製した。

【0182】(実施例7):DOS媒体

本例では、実施例1の中間処理工程を構成する工程Dと 工程Sとの間に、基体を所定の酸素雰囲気に曝す工程O を行った場合、すなわち本発明に係る中間処理工程が、 工程D、工程O、工程Sの順に行われる場合(請求項1 1に対応:以下では第五の磁気記録媒体の製造方法と呼称する。)について説明する。

【0183】なお、図19には、本例に係る第五の製造方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と 試料の模式的断面とを合わせて示した。

【0184】ことで、上記工程Oとしては、実施例5と同じ処理条件、すなわち「処理室内を3×10⁻³Torrまで減圧後、酸素ガスを導入し、1×10⁻¹Torrの減圧雰囲気において基板表面を酸素で35秒間暴露する処理条件(酸素暴露量3.5Lの処理条件)」を用いた。

【0185】具体的には、工程(A4)と工程(A5) との間に次の工程(C7-1)~(C7-3)を追加した。

(C7-1) エッチング室から酸素暴露用の処理室に、前記の基体ホルダーを移動した。移動した後も基体11は、赤外線ランプにて、200°Cに加熱保持した。但し、処理室は事前に到達真空度が10-°Torr台まで排気してあり、前記の基体ホルダー移動後は、エッチング室と処理室の間にあるドアバルブは閉じた。

(C7-2) 処理室内へ所定量の酸素ガスを導入し、1 ×10⁻⁷Torrの減圧雰囲気において基体11の表面を酸 素で35秒間暴露した[図19(b)→(c)]。

(C7-3)酸素ガスの導入を停止し、処理室の到達真空度を10-8Torr台まで排気後、処理室からシード層作製用の成膜室1に、前記の基体ホルダーを移動した。

【0186】ただし、上記製造方法ではシード層として WCr膜を用いた。すなわち、実施例2と同様に、実施例1のWターゲットに代えて、シード層形成用のターゲットとしてW₂,Cr₇₂合金(純度:3N)を用いた。

【0187】他の点は実施例1と同様として、層構成が0 A1/NiP/WCr/Cr/CoCrTaからなる磁気記録媒体[以下では試料γ(DOS)と呼称する。]を作製した。

【0188】(実施例8):DOSD媒体本例では、実施例1の中間処理工程を構成する工程Dと工程Sとの間に、基体

を所定の酸素雰囲気に曝す工程Oを行うとともに、工程 Sの後で再度工程Dを行う場合、すなわち本発明に係る 中間処理工程が、工程D、工程O、工程S、工程Dの順 に行われる場合(請求項12に対応:以下では第六の磁 50 気記録媒体の製造方法と呼称する。)について説明す る。

【0189】なお、図20には、本例に係る第六の製造方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と 試料の模式的断面とを合わせて示した。

【0190】とこで、上記工程Oとしては、実施例5と同じ処理条件、すなわち「処理室内を3×10⁻³Torrまで減圧後、酸素ガスを導入し、1×10⁻⁷Torrの減圧雰囲気において基板表面を酸素で35秒間暴露する処理条件(酸素暴露量3.5Lの処理条件)」を用いた。

【0191】具体的には、工程(A4)と工程(A5)との間に次の工程(C8-1)~(C8-3)を追加するとともに、工程(A6)と工程(A7)との間に次の工程(C8-4)~(C8-6)を追加した。

(C8-1)エッチング室から酸素暴露用の処理室に、前記の基体ホルダーを移動した。移動した後も基体11は、赤外線ランプにて、200°Cに加熱保持した。但し、処理室は事前に到達真空度が10-°Torr台まで排気してあり、前記の基体ホルダー移動後は、エッチング室と処理室の間にあるドアバルブは閉じた。

(C8-2) 処理室内へ所定量の酸素ガスを導入し、1 ×10⁻⁷Torrの減圧雰囲気において基体11の表面を酸 素で35秒間暴露した[図20(b)→(c)]。

(C8-3)酸素ガスの導入を停止し、処理室の到達真空度を10-7Torr台まで排気後、処理室からシード層作製用の成膜室1に、前記の基体ホルダーを移動した。

(C8-4)シード層12を形成した成膜室1からエッチング室内に、前記の基体ホルダーを移動した。

(C8-5) エッチング室内に、不純物濃度が5 ppm以下のArガスを導入しガス圧を10mTorrとした後、基体11に対してRF電源から所定の電圧を印加し、基体 30表面をドライエッチングした [図20(d)→

(e)]。その条件は、ガス圧力2mTorr、印加電力200 W、処理時間5秒とした。

(C8-6)エッチング処理後、エッチング室から金属 下地層作製用の成膜室2に、前記の基体ホルダーを移動 した。

【0192】ただし、上記製造方法ではシード層として WC r 膜を用いた。すなわち、実施例2と同様に、実施例1のWターゲットに代えて、シード層形成用のターゲットとして W_{10} C r_{12} C r_{12} C r_{12} C r_{13} C r_{13} C r_{14} C r_{15} C

【0194】(実施例9):DOSDO媒体 本例では、実施例1の中間処理工程を構成する工程Dと 工程Sとの間に、基体を所定の酸素雰囲気に曝す工程O を行うとともに、工程Sの後で再度工程Dと工程Oを順 次行う場合、すなわち本発明に係る中間処理工程が、工 程D、工程O、工程S、工程D、工程Oの順に行われる 場合(請求項13に対応:以下では第七の磁気記録媒体の製造方法と呼称する。) について説明する。

40

【0195】なお、図21には、本例に係る第七の製造方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と 試料の模式的断面とを合わせて示した。

【0196】ととで、上記工程Oとしては、実施例5と同じ処理条件、すなわち「処理室内を3×10-3Torrまで減圧後、酸素ガスを導入し、1×10-7Torrの減圧雰囲気において基板表面を酸素で35秒間暴露する処理条件(酸素暴露量3.5Lの処理条件)」を用いた。

【0197】具体的には、工程(A4)と工程(A5)との間に次の工程 $(C9-1)\sim(C9-3)$ を追加するとともに、工程(A6)と工程(A7)との間に次の工程 $(C9-4)\sim(C9-8)$ を追加した。

(C9-1) エッチング室から酸素暴露用の処理室に、前記の基体ホルダーを移動した。移動した後も基体11は、赤外線ランプにて、200℃に加熱保持した。但し、処理室は事前に到達真空度が10-プTorr台まで排気してあり、前記の基体ホルダー移動後は、エッチング室と処理室の間にあるドアバルブは閉じた。

(C9-2)処理室内へ所定量の酸素ガスを導入し、 1×10^{-7} Torrの減圧雰囲気において基体11の表面を酸素で35 秒間暴露した $[図21(b)\rightarrow(c)]$ 。

(C9-3)酸素ガスの導入を停止し、処理室の到達真空度を10-7orr台まで排気後、処理室からシード層作製用の成膜室1に、前記の基体ホルダーを移動した。

(C9-4)シード層12を形成した成膜室1からエッチング室内に、前記の基体ホルダーを移動した。

(C9-5)エッチング室内に、不純物濃度が5 ppm以下のArガスを導入しガス圧を10mTorrとした後、基体11に対してRF電源から所定の電圧を印加し、基体表面をドライエッチングした[図21(d)→

(e)]。その条件は、ガス圧力2mTorr、印加電力200W、処理時間5秒とした。

(C9-6) エッチング処理後、エッチング室から酸素 暴露用の処理室に、前記の基体ホルダーを移動した。移 動した後も基体11は、赤外線ランプにて、200℃に 加熱保持した。但し、処理室は事前に到達真空度が10 -*Torr台まで排気してあり、前記の基体ホルダー移動後 は、エッチング室と処理室の間にあるドアバルブは閉じ た。

(C9-7)処理室内へ所定量の酸素ガスを導入し、1 ×10⁻⁷Torrの減圧雰囲気において基体11の表面を酸素で35秒間暴露した[図21(e)→(f)]。

(C9-8)酸素ガスの導入を停止し、処理室の到達真空度を10-7 Torr台まで排気後、処理室から金属下地層作製用の成膜室2に、前記の基体ホルダーを移動した。

を行うとともに、工程Sの後で再度工程Dと工程Oを順 【0198】ただし、上記製造方法ではシード層として 次行う場合、すなわち本発明に係る中間処理工程が、工 WCr膜を用いた。すなわち、実施例2と同様に、実施 程D、工程O、工程S、工程D、工程Oの順に行われる 50 例1のWターゲットに代えて、シード層形成用のターゲ

【0200】表5は、実施例1と同様のTEM顕微鏡の観測から求めた、強磁性金属層14を構成する磁性結晶粒子の平均粒径d[nm]、磁性結晶粒子の標準偏差σ[nm]、及び磁性結晶粒子の標準偏差σをその平均粒径dで割った値である粒径分散C.V.grain、を、実施例5~9で作製した各試料ごとにまとめた結果である。

【0201】また表5には、VSMで測定した各媒体の保磁力Hc、及び、媒体に記録された磁化の経時変化の指標となる残留磁化の変化率AMも同時に記載した。

【0202】さらに表5には、比較のために、上述した3つの試料 α (無)、 α (WCr)及び β (WCr)の結果も合わせて示した。以下に、これらの試料の作製条件を再度まとめて説明する。

【0203】試料α(無)とは、実施例1のシード層を設けず、他の点は実施例1と同様とした、層構成がA1/NiP/Cr/CoCrTaからなる従来の磁気記録媒体である。つまり、比較例1で作製した媒体である。【0204】試料α(WCr)とは、実施例1のWターゲットに代えて、シード層形成用のターゲットとしてW₂。Cr₇₂合金(純度:3N)を用い、他の点は実施例1と*

*同様とした、層構成がAl/NiP/WCr/Cr/Cr/CoCrTaからなる磁気記録媒体である。つまり、中間 処理工程が工程Dとそれに続く工程Sからなり、シード 層がWCr膜であることから、その名称を試料で(DS)と置き換えることができる試料である。

42

【0205】試料&(Wcr)とは、実施例3のWターゲットに代えて、シード層形成用のターゲットとしてW,。Cr,6合金(純度:3N)を用い、他の点は実施例3と同様とした、層構成がAl/NiP/WCr/Cr/C10 oCrTaからなる磁気記録媒体である。つまり、中間処理工程が工程Sとそれに続く工程Dからなり、シード層がWCr膜であることから、その名称を試料で(SD)と置き換えることができる試料である。

【0206】すなわち、表5の各試料は、基体としてNiPめっき層で被覆したA1基板を用いた点が共通である。また試料 α (無)以外の試料は、シード層として同一組成のWCr膜を備えている。つまり、 α (無)は比較例1の試料、 α (WCr)= γ (DS)は実施例2の試料、 β (WCr)= γ (SD)は実施例4の試料、 γ (DSO)は実施例5の試料、 γ (DOSO)は実施例7の試料、 γ (DOSO)は実施例9の試料、 γ (DOSO)は実施例9の試料である。

[0207]

【表5】

試料名称	平均粒径 d [nm]	標準偏差 σ[nm]	粒径分散 C.V.grain	保磁力 Hc[kOe]	経時変化 ΔM[%/年]
a(無)	10.8	3. 68	0.34	1. 53	10.7
a (WCr)	9. 5	3. 10	0.33	1.48	8. 5
$=\gamma$ (DS)	i				
β (WCr)	7. 7	2. 34	0.30	1.50	
$=\gamma$ (SD)		ŀ	1	i	
y (DSO)	7. 5	2. 35	0.31	1.45	8. 2
y (SDO)	7. 3	2. 22	0.30	1.40	8. 0
y (DOS)	7. 3	2. 10	0. 29	1.46	7. 9
y (DOSD)	7. 5	2.04	0. 27	1. 60	7. 3
v (DOSDO)	7. 2	1.85	0. 26	1. 47	7. 0

【0208】表5から、以下の点が明らかとなった。 [α(WCr)とγ(DSO)の比較、β(WCr)とγ(SDO)の比 較]

(I) 工程D(ドライエッチング) および工程S(シード層形成) からなる中間処理工程の後に、工程O(酸素 40 暴露) を追加すると、工程Dと工程Sを行う順番に関係なく、ほぼ全ての評価(d、σ、C.V.grain、ΔM) が改善する。ただ、Hcのみ若干低下したように見えるが、製造上のばらつきの範囲内である。

(II) 特に、 γ (DSO)の場合 [α (WCr)に工程〇を追加した場合]は、平均粒径が9.5から7.5に減少するとともに、標準偏差も3.10から2.35となり、2つの評価因子が同時に20%以上も改善する。

(III) ただし、工程D→工程S→工程Oの順に行う場合[γ(DSO)]より、工程S→工程D→工程Oの順に行

う場合 $[\gamma (SDO)]$ の方が、より平均粒径と標準偏差が小さくなる傾向を示し、この傾向は工程Oの導入前と同じである。

[~ (DSO)又は ~ (SDO)と ~ (DOS)との比較]

(IV) 工程 D (ドライエッチング) の後に工程O (酸素 暴露) を行ってから工程S (シード層形成) をした方 [γ (DOS)の場合]が、工程 D と工程 S の後に工程 O を 行う [γ (DSO)又は γ (SDO)の場合] より、さらに全ての 評価が良好となる。

[γ(DOS)とγ(DOSD)又はγ(DOSDO)との比較]

 $(V) \gamma (DOS)$ に、第2の工程D(ドライエッチング)を加えたり [$\gamma (DOSD)$ の場合]、第2の工程D(ドライエッチング)の他に第2の工程O(酸素暴露)を追加すること [$\gamma (DOSDO)$ の場合] によって、標準偏差はさら に小さくなり、経時変化もより一層改善する。

【0209】従って、上記のから、中間処理工程が工程 D及び工程Sに加え、基体11を所定の酸素雰囲気に曝 す工程Oを具備することによって、強磁性金属層14を 構成する磁性結晶粒子の平均粒径及びその標準偏差が小 さくなり、その結果、残留磁化の経時変化ΔMの小さな 媒体が得られることが分かった。

【0210】これは、工程Oによって、島状形状からなるシード層12も含めた基体11の表面上に、適度に吸着させた酸素が、その上に堆積するCrを主成分とする金属下地層13の結晶粒の粗大化を抑制するので、その10上に形成させたCo基合金からなる強磁性金属層14の結晶粒も粗大化が抑えられ、粒径が小型化したものと推定される。

【0211】ところで、本発明で用いている層構成の媒体、すなわち基体11上にCrを主成分とする金属下地層13を介してCo基合金からなる強磁性金属層14が形成されてなる磁気記録媒体では、金属下地層13を構成するCr膜が(200)配向し、その上に強磁性金属層14がエピタキシャル成長して(110)配向しながち生成するので、金属下地層13の結晶配向性でもって20強磁性金属層14の配向性を良好にすることができる、ことが広く知られている。

【0212】しかるに、工程〇を導入によって保磁力の大幅な低下も見られないことから、この適度に吸着させた酸素は、磁気特性の劣化要因として影響することなく、強磁性金属層14をなす結晶粒の小型化にのみ寄与したと思われる。つまり、本発明に係る工程〇の導入は、金属下地層13の結晶配向性を劣化させ、ひいては強磁性金属層14の配向性の低下をもたらすことなく、強磁性金属層14を構成する結晶粒の小型化を図ることができるので、低ノイズ化に適した微細化した結晶組織を有する磁気記録媒体の提供が可能となる。

【0213】また、上記のより、中間処理工程を工程D の後で工程〇を行い、次に工程Sを実施する効果が分か る。つまり、髙真空排気を行った後でも基体11の表面 には若干量の吸着物、具体的には酸素、窒素、水あるい は有機物などが存在しており、その量は不安定なものと 考えられる。したがって、最初に工程Dによりこの吸着 物を除去し、清浄な基体11の表面を作り出す。次い で、工程〇により、この清浄化を図った基体11の表面 40 上に、付着度合いを制御しながら酸素を適宜吸着させ る。最後に、工程Sによって、この付着させた酸素の影 響を受けながらシード層12を形成する。その結果、島 状膜からなるシード層12は、島の大きさが小型で、島 の大きさにばらつきが少なく、隣接する島同士の間隔も 揃った、形態が得られやすいものと推定される。このよ うにサイズの均一化が図れた島状のシード層12が存在 する基体11上に、金属下地層13、強磁性金属層14 が順次積層されるので、全ての評価(d、 σ 、C.V.grai n、 AM) がさらに改善されたと考えられる。

【0214】さらに、上記のより、工程D、工程O、工程Sの順に行った中間処理工程に、さらに第2の工程D(ドライエッチング)を加えることで、島状シード層12の形成プロセスで生じた表面に残存する付着物を取り除くことができる。その後、島状シード層12を備え、最表面の清浄化も十分に図った基体11上に、金属下地層13、強磁性金属層14を順次堆積させることが可能となる。その結果、金属下地層13とその上の強磁性金属層14は、シード層12の表面に残存する付着物の影響をほとんど受けることなく、シード層12が島状形態であるという作用のみ強く反映した薄膜成長を行うことができる。つまり、第2の工程Dを設けた中間処理工程を用いることにより、さらに強磁性金属層14を構成する磁性粒の小型化が進み、その粒径のバラッキも小さくできる。

【0215】そして、上記第2の工程D(ドライエッチング)の後に、さらに第2の工程O(酸素暴露)を追加した場合は、第2の工程Dにより清浄化された島状シード層12を備えた基体11上に、付着度合いを制御しながら酸素を適宜吸着させた状態を作り出すことができる。そして、次にこのような表面状態にある基体11上に、金属下地層13、強磁性金属層14を順次堆積させる。その結果、島状形状からなるシード層12も含めた基体11の表面上に、適度に吸着させた酸素が、その上に堆積する金属下地層13の結晶粒の租大化をさらに抑制し、その上に積層させた強磁性金属層14の結晶粒の租大化もより一層抑えられるので、磁性粒の小型化が図れるとともに粒径のバラツキもさらに小さくなった。その結果、残留磁化の経時変化ΔMがさらに改善された媒体が得られたものと考えられる。

【0216】上述した効果は、全て、金属下地層13の 膜厚や記録層として機能する強磁性金属層14の膜厚を 変更することなく、中間処理工程の条件によってのみ制 御できるので、所望の磁気特性を有する媒体を形成する ために、金属下地層13の膜厚や強磁性金属層14の膜 厚を自由に設計変更できるという利点をもたらす。

【0217】したがって、本発明に係る第三から第六の 磁気記録媒体の製造方法によれば、強磁性金属層14を 構成する磁性結晶粒子の粒径のさらなる小型化を図りつ つ、各種磁気特性の媒体が容易に製造できるので、媒体 設計の自由度が格段と向上した製造ラインを構築でき る。

【0218】(実施例10):MD媒体本例では、基体として、通常のNiPめっき層で被覆したAl基板に代えて、Coを共析させたNiPめっき層で被覆したAl基板(M基体と呼称する)を用いる以外は、比較例1と同様として、層構成がAl/NiPCo/Cr/CoCrTaからなる磁気記録媒体[以下では試料δ(MD)と呼称する。]を作製した。

50 【0219】つまり、本例に係る試料δ (MD) と比較例

1 に係る試料 α (無) との差は、基体の種類のみ異な り、他の作製条件は同一である。したがって、これら2 つの試料を比較することで、基体依存性(すなわちNi P層にCoを共析させた効果)を調べることができる。 【0220】なお、図22には、本例に係るCo共析N iP/Al基板を用い、比較例1に示した製造方法を適 用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と試料の模 式的断面とを合わせて示した。

45

【0221】(実施例11):MDS媒体 本例では、基体として、通常のNiPめっき層で被覆し 10

たA1基板に代えて、Coを共析させたNiPめっき層 で被覆したA1基板(M基体)を用いる以外は、実施例 2と同様として、層構成がA1/NiPCo/WCr/ Cr/CoCr Taからなる磁気記録媒体 [以下では試 料δ (MDS) と呼称する。] を作製した。

【0222】つまり、本例に係る試料 & (MDS) と実施 例2 に係る試料 α (WCr) との差は、基体の種類のみ 異なり、他の作製条件は同一である。したがって、これ ら2つの試料を比較することで、基体依存性(すなわち NiP層にCoを共析させた効果)を調べることができ 20 る。

【0223】(実施例12):MSD媒体

本例では、基体として、通常のNiPめっき層で被覆し たAl基板に代えて、Coを共析させたNiPめっき層 で被覆したA1基板(M基体)を用いる以外は、実施例 4と同様として、層構成がA1/NiPCo/WCr/ Cr/CoCrTaからなる磁気記録媒体[以下では試 料δ (MSD) と呼称する。] を作製した。

【0224】つまり、本例に係る試料 & (MSD) と実施 例4に係る試料 B(WCr) との差は、基体の種類のみ 30 異なり、他の作製条件は同一である。したがって、これ ら2つの試料を比較することで、基体依存性(すなわち NiP層にCoを共析させた効果)を調べることができ

【0225】(実施例13):MDSO媒体 本例では、基体として、通常のNiPめっき層で被覆し たAI基板に代えて、Coを共析させたNiPめっき層 で被覆したA1基板(M基体)を用いる以外は、実施例 5と同様として、層構成がA1/NiPCo/WCr/ Cr/CoCrTaからなる磁気記録媒体[以下では試 40 料δ (MDSO) と呼称する。] を作製した。

【0226】つまり、本例に係る試料δ (MDSO) と実施 例5に係る試料で (MOSO) との差は、基体の種類のみ異 なり、他の作製条件は同一である。したがって、これら 2つの試料を比較することで、基体依存性(すなわちN i P層にCoを共析させた効果)を調べることができ

【0227】(実施例14):MSDO媒体 本例では、基体として、通常のNiPめっき層で被覆し たA!基板に代えて、Coを共析させたNiPめっき層 50 み異なり、他の作製条件は同一である。したがって、と

で被覆したA1基板(M基体)を用いる以外は、実施例 6と同様として、層構成がAl/NiPCo/WCr/ Cr/CoCr Taからなる磁気記録媒体 [以下では試 料δ (MSDO) と呼称する。] を作製した。

【0228】つまり、本例に係る試料 S (MSDO) と実施 例6に係る試料 γ (MSDO) との差は、基体の種類のみ異 なり、他の作製条件は同一である。したがって、これら 2つの試料を比較するととで、基体依存性(すなわちN i P層にCoを共析させた効果)を調べることができ

【0229】(実施例15):MDOS媒体 本例では、基体として、通常のNiPめっき層で被覆し たA1基板に代えて、Coを共析させたNiPめっき層 で被覆したA1基板(M基体)を用いる以外は、実施例 7と同様として、層構成がAl/NiPCo/WCr/ Cr/CoCr Taからなる磁気記録媒体 [以下では試 料δ (MDOS) と呼称する。]を作製した。

【0230】つまり、本例に係る試料る(MDOS)と実施 例7に係る試料γ (MDOS) との差は、基体の種類のみ異 なり、他の作製条件は同一である。したがって、これら 2つの試料を比較することで、基体依存性(すなわちN i P層にCoを共析させた効果)を調べることができ

【0231】なお、図23には、本例に係るCo共析N iP/A1基板を用い、実施例7に示した第五の製造方 法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と試 料の模式的断面とを合わせて示した。

【0232】(実施例16):MDOSD媒体 本例では、基体として、通常のNiPめっき層で被覆し たAl基板に代えて、Coを共析させたNiPめっき層 で被覆したA1基板(M基体)を用いる以外は、実施例 8と同様として、層構成がAl/NiPCo/WCr/ Cr/CoCr Taからなる磁気記録媒体 [以下では試 料δ (MDOSD) と呼称する。]を作製した。

【0233】つまり、本例に係る試料 & (MDOSD) と実 施例8に係る試料γ (MDOSD) との差は、基体の種類の み異なり、他の作製条件は同一である。したがって、と れら2つの試料を比較することで、基体依存性(すなわ ちNiP層にCoを共析させた効果)を調べることがで

【0234】(実施例17):MDOSDO媒体 本例では、基体として、通常のNiPめっき層で被覆し たA1基板に代えて、Coを共析させたNiPめっき層 で被覆したA1基板(M基体)を用いる以外は、実施例 9と同様として、層構成がAl/NiPCo/WCr/ Cr/Co.Cr Taからなる磁気記録媒体 [以下では試 料δ (MDOSDO) と呼称する。] を作製した。

【0235】つまり、本例に係る試料 & (MDOSDO) と実 施例9に係る試料γ (MDOSDO) との差は、基体の種類の (25)

れら2つの試料を比較することで、基体依存性(すなわちNiP層にCoを共析させた効果)を調べることができる。

47

【0236】表6は、実施例1と同様のTEM顕微鏡の観測から求めた、強磁性金属層14を構成する磁性結晶粒子の平均粒径d[nm]、磁性結晶粒子の標準偏差σ[nm]、及び磁性結晶粒子の標準偏差σをその平均粒径dで割った値である粒径分散C.V.grain、を、実施例10~17で作製した各試料ごとにまとめた結果である

【0237】また表6には、VSMで測定した各媒体の 保磁力Hc、及び、媒体に記録された磁化の経時変化の 指標となる残留磁化の変化率AMも同時に記載した。

【0238】さらに表6には、比較のために、上述した*

* 試料 α (無) の結果も合わせて示した。以下に、この試料の作製条件を再度説明する。

【0239】試料 α (無) とは、実施例1のシード層を設けず、他の点は実施例1と同様とした、層構成がA1/NiP/Cr/CoCrTaからなる従来の磁気記録媒体である。つまり、比較例1で作製した媒体である。

【0240】すなわち、表5の各試料は、基体が通常の NiPめっき層で被覆したAl基板の場合を示すのに対 して、表6の各試料は、基体がCoを共析させたNiP

10 めっき層で被覆したA l 基板の場合である。したがって、括弧内の名称が同じγとδを比較することによって、基板依存性が読み取れる。

[0241]

【表6】

試料名称	平均粒径 d [nm]	泰準偏差 σ [nm]	粒径分散 C.V.grain	保磁力 Hc[kOe]	経時変化 ΔM[%/年]
a (無)	10.8	3.68	0.34	1.53	10.7
δ (MD)	8.9	2. 98	0.33	1.48	8. 5
δ (MDS)	8. 2	2.56	0.31	1.47	8. 2
δ (MSD)	7.6	2. 10	0. 28	1. 43	7. 7
δ (MDSO)	7. 2	1. 98	0. 28	1.45	7. 6
δ (MSDO)	7. 0	1.85	0. 26	1. 37	7. 3
δ (MDOS)	6.8	1.70	0. 25	1. 39	7. 3
δ (MDOSD)	7. 0	1. 62	0. 23	1, 50	7. 0
δ (MDOSDO)	6.6	1. 50	0. 23	1. 44	6. 8

[0242]表6から、以下の点が明らかとなった。 $[\alpha(無) \& \delta(MD) \& O$ 比較]

(I) 基体の表面被覆層 11 c & C c の共析 N i P 膜とした場合 $[\delta(MD): 図22]$ は、N i P 膜からなる被覆層 $11 b & \delta$ 能成本基板 $[\alpha(\mathbf{m}): 図14]$ に比べて、平均粒径 $d & \delta$ と標準偏差 σ は 15 % 以上も小さくなり、経時変化も 10.7 から 8.5 へ大幅に改善される。

(II) 上記 δ (MD) における平均粒径 d=8. 9 と標準偏差 $\sigma=2$. 98 という数値は、従来基板に工程 S (シード層形成)を導入した γ (DS) で得られた数値 (表 S : d=9. S 、 $\sigma=3$. Q 10) より小さなものである。

[δ(MD)とδ(MDS)又はδ(MSD)の比較]

(III) C o 共析 N i P 膜を有する基体の場合も、基体 1 l 2 C r 下地層 1 3 2 の間にシード層 1 2 (工程 S)を設けるととにより、ほぼ全ての評価(d、 σ 、C.V.gr ain、 ΔM)がさらに改善される。

(IV) ただし、工程Dの後に工程Sを行ったる(MDS)に 比べて、工程Sの次に工程Dを実施したる(MSD)の方 が、その改善度は高い。

[δ(MDS)とδ(MDSO)の比較、δ(MSD)とδ(MSDO)の比較]

(V) C o 共析N i P 膜を有する基体の場合も、工程D (ドラーエッチング) および工程S (シード層形成) からなる中間処理工程の後に、工程O (酸素暴露) を追加すると、工程Dと工程Sを行う順番に関係なく、ほぼ全ての評価 (d、σ、C.V.grain、ΔM) が改善する。ただHcのみ若干低下したように見えるが、これは製造上の 50

ばらつきの範囲内である。

(VI) ただし、工程 $D \Rightarrow$ 工程 $S \Rightarrow$ 工程Oの順に行う場合 [δ (MDSO)] より、工程 $S \Rightarrow$ 工程 $D \Rightarrow$ 工程Oの順に行う場合 [δ (MSDO)] の方が、Hc以外のほぼ全ての評価において小さくなる傾向を示し、この傾向は工程Oの導入前と同じである。

30 [δ(MDSO)又はδ(MSDO)とδ(MDOS)の比較]

(VII) C o 共析N i P膜を有する基体の場合も、工程 D (ドラーエッチング) の後に工程O (酸素暴露) を行ってから工程S (シード層形成) をした方 [δ (MDOS): 図23] が、工程Dと工程Sの後に工程Oを行う [δ (MDOS)、δ (MSDO)] より、さらに全ての評価が良好となる。

[δ(MDOS)とδ(MDOSD)又はδ(MDOSDO)の比較]

(VIII) C o 共析N i P膜を有する基体の場合も、δ (M DOS)に、第2の工程 D を加えたり [δ (MDOSD)の場

40 合]、第2の工程Dの他に第2の工程Oを追加すること [δ(MOOSDO)の場合] によって、標準偏差はさらに小さくなり、経時変化もより一層改善される。

【0243】さらに、表5(被覆層がNiP膜からなる 従来基板)と表6(被覆層がCo共析NiP膜からなる 基板)とを比較して、以下の点が明らかとなった。

(IX) 中間処理工程を同じ条件で比較した場合 [例: γ (DOS)と δ (MDOS)を比較] は、被覆層がC o 共析N i P 膜からなる基体の方が、被覆層がN i P 限からなる従来の基体より、全ての評価が良好となる。

50 【 0 2 4 4 】従って、上記ODから、C o共析N i P膜を

被覆層11aとした基体11は、NiP膜を被覆層とする従来の基体[図14(d)]より、磁性粒が小さくかつ粒径の均一な強磁性金属層を形成できる[図22(d)]ので、経時変化も小さな媒体を容易に作製でき

49

(d)]ので、経時変化も小さな媒体を容易に作製できる。

【0245】また、Co共析NiP膜を被覆層11aと した基体 1 1 を用いた場合でも、本発明に係る各種の中 間処理工程は有効に作用し、低ノイズで長期安定性にも 優れた媒体の作製に適用できることが明らかとなった。 【0246】この結果は、NiP膜の表面に点在して露 10 出するCoに起因して、被覆層11cのCo露出部に相 当する箇所の上に、酸素などからなる吸着ガス19が残 存している [図22(b)] と考えられる。 つまり、 と の表面に存在するС o が吸着ガス19の吸着サイトとし て機能し、その上に堆積される金属下地層13を構成す るCr粒子13aが、基体11の面内方向(横方向)へ の成長を阻害し、基体11の垂直方向(縦方向すなわち 膜厚方向)への成長を促進する。そのため、従来の基体 上に形成されたCr粒子 [図14(c)の54a]に比 べて、粒径の細いCr粒子の成長が生じる[図22 (c)の13a]。そして、このように粒径が小さくな ったCr膜13上に、Co膜14が堆積されるため、C r 粒子13aの粒径を反映してCo粒子14aも小型し たもの [図22(d)] と考えられる。

【0247】特に、Co共析NiP膜からなる被覆層1 1 cを有する基体 1 1を用いて、工程 D (ドライエッチ ング) の後に工程O(酸素暴露)を行ってから工程S (シード層形成)を行った場合[δ(MDOS): 図23] は、最初の工程Dによって基体の被覆膜11c上に残存 する吸着ガス15を十分に取り除いた後で、適当な条件 30 による工程Oを実施することにより、図22の場合[δ (MD)] に比べて、被覆膜11c上に吸着ガス20をより 局在して均一に付着させることができる。次に、その上 に形成されるシード層12は吸着ガス20の残存しない 部分に積極的に堆積されるので、単位面積あたりに生じ る島の数が増えるとともに、形成された島が単位面積あ たりにより均一に分布する傾向となる。続いて、このよ うな島状シード層の上に形成される金属下地層13をな すCr膜は、さらに結晶粒13aの平均粒径が小さく、 粒径のバラツキも少なくなる。したがって、このように 40 成長した金属下地層13の結晶形態を反映して、その上 に形成させた強磁性金属層 1 4 をなす磁性膜の結晶粒 1 4 a も、平均粒径がさらに低減し、粒径分散も小さくな

【0248】このような理由から、Co共析NiP膜を被覆層11cとした基体の方が、磁性粒が小さくかつ粒径の均一な強磁性金属層を備えた媒体が得られたと、本発明者は考察している。

【0249】したがって、上述した本発明に係る全ての 製造方法では、基体11として、従来の基体(A1合金 50

【0250】上記実施例では、ニッケルと共析可能で酸素と親和力の高い元素としてコバルト(Co)を例にとって詳述したが、コバルト以外に同様の特性を備えた元素としては、例えばリン、タングステン、鉄、バナジウム、クロム、マンガン、銅、亜鉛、モリブテン、バラジウム、錫、レニウム、アルミニウム、ジルコニウム、ホウ素、チタン、ハフニウム、ニオブ、タンタルが挙げられる。

【0251】上述した作用および効果が得られるためには、上記の元素から1種を選択して用いても良いし、あるいは2種以上の元素を採用しても構わないことは言うまでもない。

[0252]

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、基体11と金属下地層13との間に、少なくともWを含有する島状シード層12を設けたことにより、金属下地層13上に形成した強磁性金属層14を構成する磁性結晶粒子の小径化が図れ、かつその粒径のばらつきを抑制した磁気記録媒体が得られる。この傾向は、シード層12をなすWに適当量のCrを含有させることにより更に強まる。

【0253】従って、上記シード層12を備えることにより、記録層をなす強磁性金属層14における粒間相互作用の局所的なばらつきが少ないので、高記録密度化に伴い記録層に書き込まれる記録磁化がさらに微小になっても、記録磁化が熱擾乱の影響を受けにくい磁気記録媒体の提供が可能となる。

【0254】上記効果は、金属下地層13の膜厚や記録層として機能する強磁性金属層14の膜厚を変更するととなく、シード層12の作製条件によってのみ実現できるので、各種磁気特性を実現するために金属下地層13や強磁性金属層14の膜厚を自由に変更できるという利点をもたらす。

【0255】また、本発明に係る媒体は、基体11にバイアスを印加することなく形成できるため、例えば平坦性に優れる絶縁性のガラスを基体11として利用できる。

【0256】さらに、基体11の表層をなす被覆層11 bを、従来のNiP膜に代えてCo共析NiP膜とした 媒体では、その上に形成されるシード層12を構成する 結晶粒の面内方向への成長を阻害し、垂直方向への成長 を促進するので、基体11上に形成されるシード層の粒 径が低減する。これを反映して、その上に形成される金 属下地層13の粒径も小さくなり、さらにその上に積層 される強磁性金属層 1 4 の結晶粒も小型化する。従って、C o 共析 N i P膜を被覆層 1 1 b とした基体 1 1 を用いることによって、N i P膜を被覆層とする従来の基体より、磁性粒が小さくかつ粒径の均一な強磁性金属層を形成できるので、経時変化の小さな媒体が容易に得られる。

【0257】本発明に係る磁気記録媒体の製造方法によれば、中間処理工程として工程D及び工程Sを備えたことによって、強磁性金属層14を構成する磁性結晶粒子の平均粒径及びその標準偏差が小さくなり、その結果、残留磁化の経時変化△Mの小さな媒体が得られることが分かった。また本発明に係る製造方法では、成膜室の到達真空度として10-9 [Torr] 台を要求する超清浄プロセスを用いなくても、従来量産機で利用されている10-7 [Torr] 台という成膜室の到達真空度において、強磁性金属層14を構成する磁性結晶粒子の小型化が図れる。従って、従来量産機を転用できることから、次世代の高記録密度化に対応できる媒体を安価に製造できる量産システムを容易に構築できる。

【0258】また、本発明に係る製造方法を用いれば、成膜中に基体11へバイアス印加を行わずに、強磁性金属層14を構成する磁性結晶粒子の小径化が図れる。ゆえに、本発明に係る製造方法は、基体11へのバイアス印加に起因した製造上の不具合、例えば媒体表面が租面化しへッドの低浮上化が阻害される問題や成膜室内で生じたコンタミが媒体形成面に混入する問題などを回避できるので、量産プロセスの安定性に寄与する。

【0259】さらに、本発明に係る製造方法では、工程 D及び工程Sからなる中間処理工程に、基体11を所定 の酸素雰囲気に曝す工程Oを追加することによって、強 30 磁性金属層14を構成する磁性結晶粒子の平均粒径及び その標準偏差をより一層低減することができ、残留磁化 の経時変化△Mがより一層小さな媒体を製造することが できる。したがって、本発明に係る製造方法によれば、 低ノイズで長期安定性にも優れた媒体が安定して作製で きる。

【0260】上記の製造方法における効果は、従来のNiP膜に代えてCo共析NiP膜を被覆層とした基体を用いた場合でも有効に機能する。

【0261】本発明に係る磁気記録媒体は、上述したように強磁性金属層14が微細な結晶粒から構成されて優れた磁気特性を備えているので、強磁性金属層14は従来より熱的安定性に優れ、熱擾乱を抑制できる。したがって、磁気記録装置の内部がモータの熱の影響を受けて、例えば、100℃を越える高い温度となった状況下で使用された場合であっても、本発明に係る媒体を構成する強磁性金属層14の磁気特性は劣化することがない。したがって、本発明に係る媒体を備えることによって、長期安定性に優れた磁気記録装置の提供が可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る磁気記録媒体の模式的な断面図である。

52

【図2】本発明に係る磁気記録媒体を構成するWシード 層の形態を示す走査電子顕微鏡 (SEM) の写真であ る。

【図3】実施例1に係る、島状Wシード層を備えた媒体 の強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子の粒径の度数分 布を示すグラフである。

0 【図4】実施例2に係る、島状WCrシード層を備えた 媒体の強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子の粒径の度 数分布を示すグラフである。

【図5】比較例1に係る、シード層を備えない従来媒体 の強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子の粒径の度数分 布を示すグラフである。

【図6】比較例2に係る、平坦状Wシード層を備えた媒体の強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子の粒径の度数分布を示すグラフである。

【図7】比較例3に係る、島状Crシード層を備えた媒 体の強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子の粒径の度数 分布を示すグラフである。

【図8】実施例3に係る、島状Wシード層を備えた媒体 の強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子の粒径の度数分 布を示すグラフである。

【図9】実施例4に係る、島状WCrシード層を備えた 媒体の強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子の粒径の度 数分布を示すグラフである。

【図10】比較例4に係る、シード層を備えない従来媒体の強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子の粒径の度数分布を示すグラフである。

【図11】比較例5に係る、平坦状Wシード層を備えた 媒体の強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子の粒径の度 数分布を示すグラフである。

【図12】比較例6に係る、島状Crシード層を備えた 媒体の強磁性金属層を構成する磁性結晶粒子の粒径の度 数分布を示すグラフである。

【図13】従来の磁気記録装置で利用されている磁気記録媒体を示す模式的な断面図である。

【図14】従来の製造方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と試料の模式的断面とを合わせて示した図である。

【図15】本発明に係る実施例1 (DS) で用いた第一の製造方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と試料の模式的断面とを合わせて示した図である。

【図16】本発明に係る実施例3 (SD) で用いた第二の製造方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と試料の模式的断面とを合わせて示した図である。

【図17】本発明に係る実施例5 (DSO) で用いた第 三の製造方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の

50 各工程と試料の模式的断面とを合わせて示した図であ

る。

【図18】本発明に係る実施例6(SDO)で用いた第四の製造方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と試料の模式的断面とを合わせて示した図である。

【図19】本発明に係る実施例7(DOS)で用いた第 五の製造方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の 各工程と試料の模式的断面とを合わせて示した図であ る。

【図20】本発明に係る実施例8(DOSD)で用いた 第六の製造方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合 の各工程と試料の模式的断面とを合わせて示した図である。

【図21】本発明に係る実施例9 (DOSDO) で用いた第七の製造方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合の各工程と試料の模式的断面とを合わせて示した図である。

【図22】本発明に係る実施例10(MD)において磁 気記録媒体を製造する場合の各工程と試料の模式的断面 とを合わせて示した図である。

【図23】本発明に係る実施例15 (MDOS) において磁気記録媒体を製造する場合の各工程と試料の模式的 断面とを合わせて示した図である。

【図24】本発明に係る磁気記録装置の一例を示す側断 面図である。

【図25】図24に示す磁気記録装置の平断面図である。

【符号の説明】

10 磁気記録媒体、

11 基体、

11a 基板、

llb NiP膜からなる被覆層、

11c Co共析NiP膜からなる被覆層、

* 12 島状のシード層、

13 金属下地層、

13a 金属下地層の結晶粒子、

14 強磁性金属層、

14a 強磁性金属層の結晶粒子、

15 被覆層11b上に残存する吸着ガス、

16 吸着ガスが付着した基体上に島状シードを設けてなる層。

54

17 工程〇で付着させた吸着ガス、

【図20】本発明に係る実施例8(DOSD)で用いた 10 18 島状シードを設けた基体上に吸着ガスを付着させ 第六の製造方法を適用して磁気記録媒体を作製する場合 てなる層、

19 被覆層11c上に残存する吸着ガス、

20 工程〇で付着させた吸着ガス、

30 磁気記録装置、

31 ケーシング、

32 スペーサ、

33 スピンドル、

34 モータ、

35 軸受け、

20 36 回転軸、

37 スイングアーム、

38 ロードアーム、

39 磁気ヘッド、

50 磁気記録媒体、

51 基体、

52 基板、

53 非磁性層、

54 下地層、

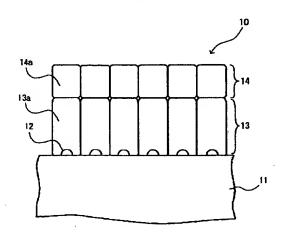
54a 下地層の結晶粒子、

30 55 記録層、

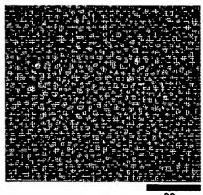
55a 記録層の結晶粒子、

56 保護層。

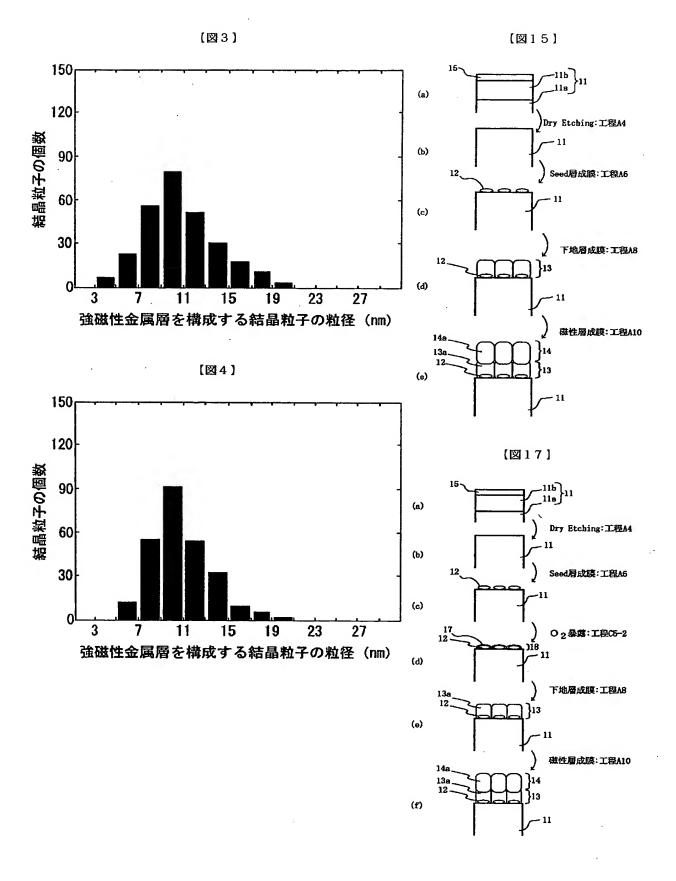
【図1】

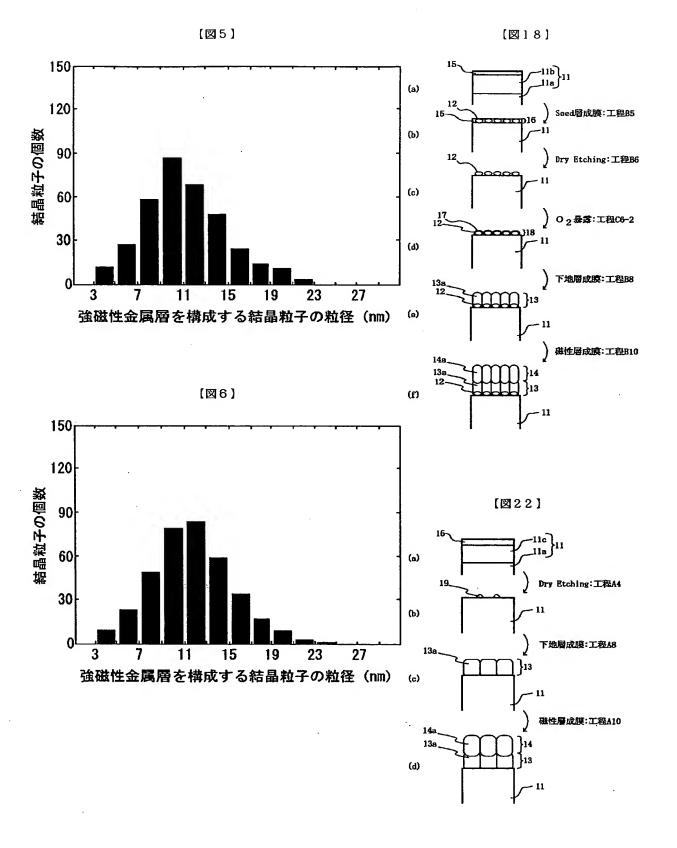


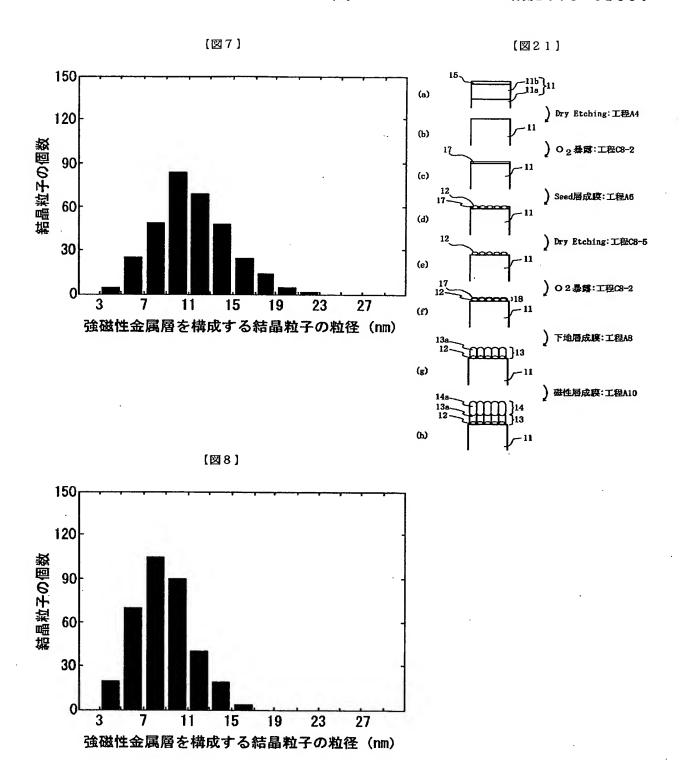
【図2】

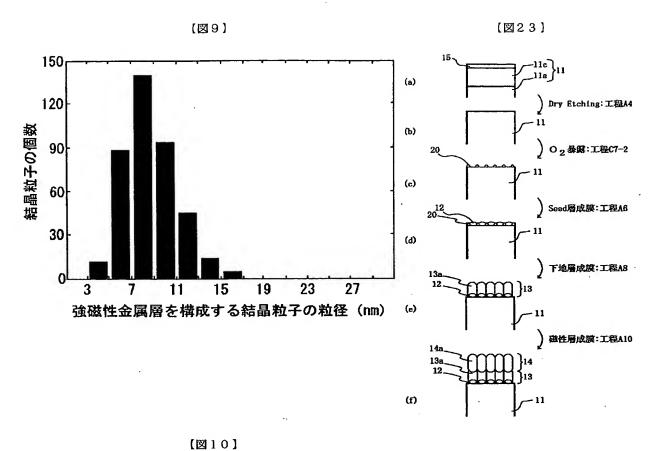


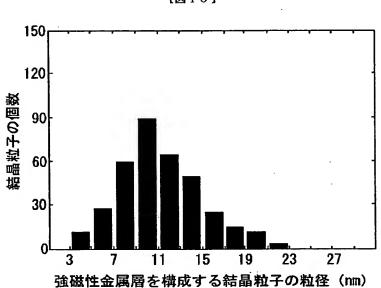
20 nm

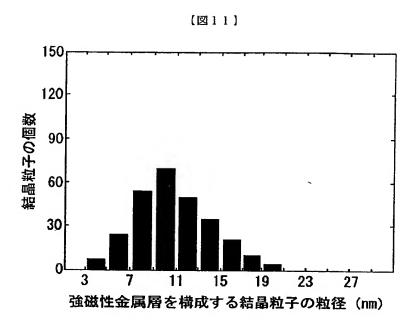


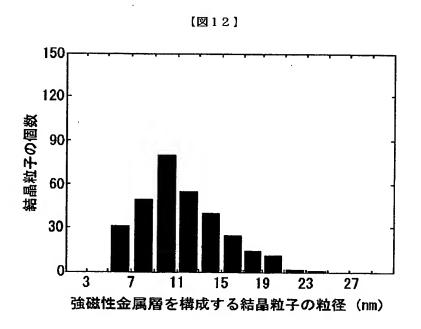


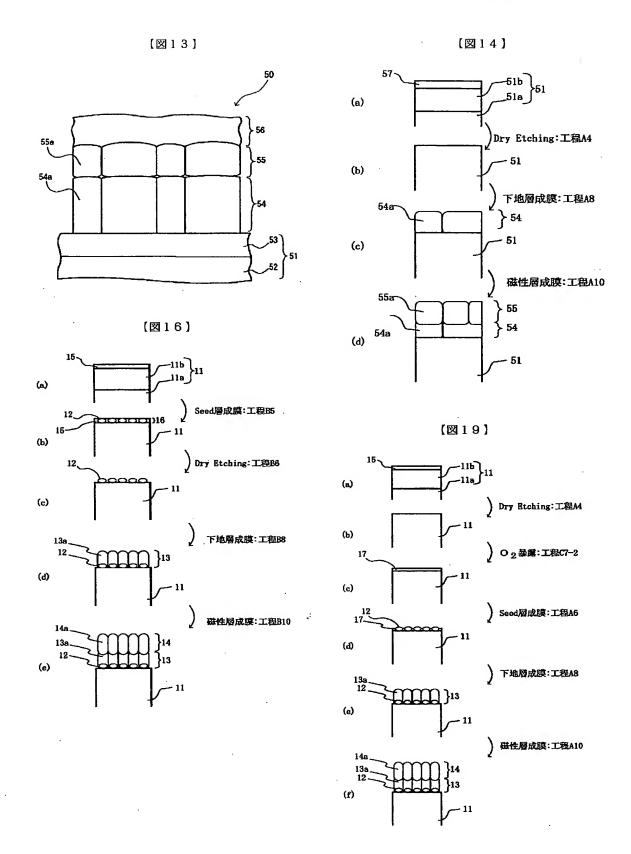


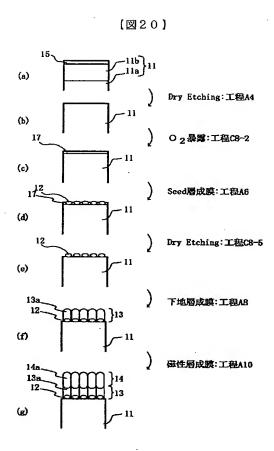


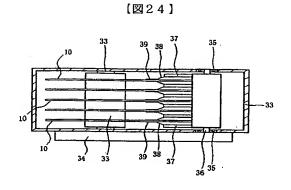




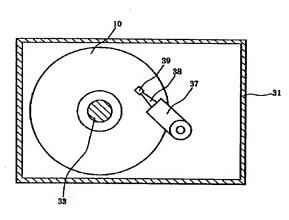








【図25】



フロントページの続き

(72)発明者 荘司 弘樹

宮城県仙台市青葉区荒巻字青葉05 東北大学大学院工学研究科電子工学専攻内

(72)発明者 髙橋 研

宫城県仙台市太白区人来田2丁目20-2

Fターム(参考) 5D006 BB01 CA01 CA05 CA06 FA04 5D112 AA03 AA05 AA11 BB05 BD03 FA04 GA17 GA20 5E049 AA04 AC05 BA06 CB01